

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

CHRISTIANE MARTINS DE LANNA SALLES CARVALHO
Cirurgiã Dentista

**AVALIAÇÃO DA DUREZA KNOOP E DO GRAU DE
CONVERSÃO DE RESINAS COMPOSTAS EM FUNÇÃO DE
DIVERSAS ESPESSURAS.**

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, da
Universidade Estadual de Campinas para
a obtenção do título de doutor em
Materiais Dentários.

Piracicaba
2002

i UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO 1

CHRISTIANE MARTINS DE LANNA SALLES CARVALHO
Cirurgiã Dentista

**AVALIAÇÃO DA DUREZA KNOOP E DO GRAU DE
CONVERSÃO DE RESINAS COMPOSTAS EM FUNÇÃO DE
DIVERSAS ESPESSURAS.**

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, da
Universidade Estadual de Campinas para
a obtenção do título de doutor em
Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Mário Fernando de Góes

Banca Examinadora:

Titulares:

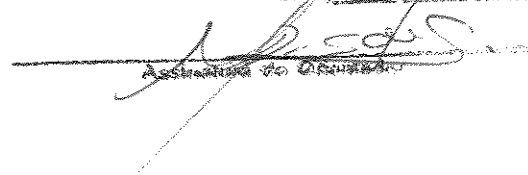
Prof. Dr. José Maurício Rosolen
Profa. Dra. Regina Maura Fernandes
Prof. Dr. Luiz Alexandre M. S. Paulillo
Prof. Dr. Mário Alexandre Sinhoreti

Suplentes:

Prof. Dr. Pedro Bignelli
Prof. Dr. José Roberto Lovadino

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a Resolução CCFG 136/88

CPG 27/10/2002


Assessor do Dissertação

Piracicaba
2002

UNIDADE 80
Nº CHAMADA T/UNICAMP
0.253a
V _____ EX _____
TOMBO BC/ 50096
PROC 16-837102
C _____ D X
PREÇO R\$ 11,00
DATA 30/07/02
Nº CPD _____

CM00171061-1

BIB ID 249044

Ficha Catalográfica

C253c

Carvalho, Christiane Martins de Lanna Salles.

Avaliação da dureza Knoop e do grau de conversão de resinas compostas em função de diversas espessuras. / Christiane Martins de Lanna Salles Carvalho. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2002.
viii, 72f. : il.

Orientador : Prof. Dr. Mario Fernando de Goes.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Resinas dentárias. 2. Resistência de materiais. 3. Polimerização. I. Goes, Mário Fernando de. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB/8-6159, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 12 de Abril de 2002, considerou a candidata CHRISTIANE MARTINS DE LANNA SALLES CARVALHO aprovada.

1. Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

2. Prof. Dr. JOSÉ MAURÍCIO ROSOLEN

3. Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO

4. Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

5. Prof. Dr. PEDRO BIGNELLI

DEDICATÓRIA

À Deus,
por ter permeado minha vida com oportunidades de escolha.

Aos meus pais Henrique e Marília.
pelo incentivo,
pela orientação
pela compreensão
e pelo desprendido amor
com que participaram
na minha busca por um ideal,

Ao meu irmão Paulo Henrique
Pela sua capacidade de sobressair com ternura nos momentos mais
desanimadores.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Mario Fernando de Goes pela orientação lúcida e detalhada . Por expressar com entusiasmo o papel do pesquisador dentro da Odontologia.

À CAPES pelo fornecimento de bolsa de pós-graduação desta unidade de ensino.

A Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP na pessoa do Prof. Dr. Enilson Sallum, diretor da referida unidade.

Ao Prof. Dr José Maurício Rosolen do Departamento de Química da FFCLRP – USP, pela orientação e empréstimo de espectrofotômetro.

A Profa. Dra Altair Del Bel Cury do Departamento de Prótese Dental e Periodontia, Área de Prótese Parcial Removível da FOP – UNICAMP, pelo empréstimo do microdurômetro utilizado no presente estudo.

Ao Prof. Dr. Mário Alexandre C. Sinhoreti, pela realização da análise estatística.

À Profa. Dra. Elizabeth Zanichelli pela orientação quanto à interpretação das grandezas avaliadas no presente estudo

Aos Profs. Drs. Simonides Consani , Lourenço Correr Sobrinho e Mário Alexandre C. Sinhoreti pela participação na minha formação no curso de pós-graduação.

Ao Prof. Dr. Paulo E. C. Peres pelas orientações quanto ao ensaio de Dureza.

Aos alunos do Departamento de Química da FFCLRP – USP Anderson L Moreira e Luciano Montoro pela orientação referente aos cálculos utilizados neste trabalho.

A assistente técnica Vera do Departamento de Química da FFCLRP – USP pela presença calma durante a realização do ensaio de grau de conversão.

Ao Prof. Dr. Edgard Bouclaird da ESALQ-USP pela orientação dedicada e precisa sobre análise do grau de conversão.

Ao técnico de laboratório Marcos B. Cangiani pela paciência e persistência com que me auxiliou na formatação da tese.

À técnica de laboratório Selma Segalla pela presença compreensiva e pela sabedoria com que ouve e se faz ouvir.

Às bibliotecárias Heloisa M. Ceccotti e Marilene Girello pelas orientações quanto a formatação da tese.

Em especial, Eneida, Paulo, Raquel, Gisela, Roberta, Marcos, Rosângela, Mônica e Marcia por dividirem momentos bons e ruins comigo.

**“De tudo que se deve guardar,
guarda o seu coração,
pois dele procedem as fontes da vida.”**

SUMÁRIO

Resumo.....	1
Abstract.....	3
1. Introdução.....	5
2. Revisão da Literatura.....	9
3. Proposição.....	24
4. Materiais e Método.....	25
4.1. Ensaio de dureza Knoop.....	27
4.2. Espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier.....	29
5. Resultados.....	34
5.1 Ensaio de dureza Knoop.....	34
5.2 Grau de Conversão.....	36
6. Discussão.....	40
7. Conclusão.....	47
Referências Bibliográficas.....	48
Anexo.....	52

RESUMO

A presença de moléculas não reagidas na base de restaurações feitas em resinas compostas fotoativadas, apresenta características indesejáveis no comportamento mecânico da restauração e na possível ocorrência de cárie secundária. O propósito do estudo foi avaliar o grau de polimerização de resinas compostas por meio mecânico (ensaio de Dureza Knoop) e físico (Espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier). Foram utilizados os materiais Alert (Jeneric/Pentron), Fill Magic (Vigodent), Filtek Z250 (3M), P60(3M), Prodigy (Kerr), Solitaire (Kulzer), Sure Fill (Caulk/Dentsply) e Z100 (3M). Para o ensaio de dureza Knoop amostras cilíndricas (5mm X 5mm) foram polimerizadas em um único incremento usando o fotoativador XL1000 (3M - 500mW/cm² de intensidade luminosa – por 40 segundos) de acordo com as instruções do fabricante e armazenadas em ambiente escuro com umidade relativa de 100% à 37°C por 24 horas. Em seguida, as amostras foram fixadas à bases de resina acrílica, seccionadas longitudinalmente, polidas sob refrigeração com papel de carboneto de silício nas granulações 400, 600 e 1200 seguido de rodas de pano umedecidas com pasta diamantada de 6, 3 e 1 µm, com banhos em ultrassom entre cada procedimento. O ensaio de dureza Knoop foi aplicado com o auxílio de Microdurômetro Shimadzu HMV – 2000 (carga de 25g e velocidade de penetração de 12 segundos) com 4 impressões nas profundidades de 1, 2, 3 e 4mm e em largura com distâncias de 1mm entre elas totalizando 16 impressões por amostra. A análise química do grau de conversão, feita por espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier, utilizou amostras não polimerizadas e polimerizadas. Amostras de resina composta não polimerizada foram prensadas entre dois discos de vidro de Brometo de Potássio (KBr) para efetuar a análise. Para análise do material polimerizado, uma amostra cilíndrica com 5mm de espessura por 12 mm de diâmetro foi confeccionada para cada grupo. As amostras foram armazenadas em ambiente escuro a 37°C com umidade relativa por 24 horas. Assim, a amostra foi seccionada com espessura de 0,5 mm e triturada para obtenção de um pó, que foi misturado ao KBr e prensado sob carga de 10 ton. para obtenção de um disco. Este disco com espessura em torno de

0,25 mm foi levado à análise química para obtenção de valores de grau de conversão. Os espectros obtidos foram levados ao cálculo da área abaixo dos picos coincidentes com bandas nas regiões referentes aos anéis aromáticos e alifáticos onde ocorreram conversões dos radicais livres. Estes valores, levados à fórmula matemática, forneceram valores de grau de conversão em porcentagem. Por comparação foi elaborada uma seqüência decrescente de valores de grau de conversão entre os grupos estudados, a saber: Alert=Z100=Sure Fill>P60=Z250= Fill Magic> Solitaire = Prodigy. Os resultados de dureza Knoop (teste de Tukey, ao nível de significância 5%) mostraram que os valores de dureza do material Alert foram significativamente superiores aos valores encontrados nos demais materiais e que todas as resinas analisadas mantiveram estáveis os valores de dureza nas diversas espessuras analisadas. A observação dos resultados leva a concluir que há uma relação não proporcional entre os valores de dureza e grau de conversão.

Palavras chave:

Resina composta

Dureza Knoop

Grau de conversão

ABSTRACT

The presence of unreacted molecules at the base of restorations made of light – cured resins, presents undesirable features in the mechanical behavior of the restoration and on the occurrence of secondary caries. The purpose of this work was to evaluate the polymerization of resins that received changes in the organic and inorganic composition through microhardness Knoop and the Fourier transmission infra-red essay(FTIR) before and after polimerization . The materials used were Alert (Jeneric/Pentron), Fill Magic (Vigdent), Filtek Z250(3M), P60(3M), Prodigy (Kerr), Solitaire (Kulzer), Sure Fill (Caulk/Dentsply) e Z100(3M) . For the hardness essay, the samples were made using a matrix of 5mm x 5mm in only one increment, with the aid of a visible light curing unit model XL1000 (3M – 500 mW) for 40 seconds in agreement with the manufacture's instructions and stored in the dark in relative humidity at 37 °C for 24 hours. Then, the samples were fixed to acrylic resin bases with the aid of wax, longitudinally eroded up to the center area and polished under water with 400, 600, 1200 silicon carbide paper followed by 6, 3 and 1 μm diamond paste and then cleaned ultrasonically between each procedure. The Knoop hardness test was applied with the Microhardness Shimadzu HMV – 2000 (load of 25g/ 12 seconds speed) with 4 indentations in the depths of 1, 2, 3 and 4mm with distances of 1mm between them. The FTIR essay was performed using a film of the material obtained by pressing it between two KBr (Potassium bromet) glasses and taken to the FTIR analysis in Nicolet (52 DX FT-IR spectrometer 400-4000 cm^{-1}). For the cured material essay, a cilindric sample was made (5mm thickness X 12 mm diameter) for each group, cured with the aid of a XL100 machine (3M – 500mW) according to the manufacturer instructions. The samples were stored in relative humidity in total darkness in 37 °C for 24 hours. Then, the surface that received the light application was seccionated with the aid of a diamond disc under irrigation to a thickness of 0,5mm. The sample was powdered into a very fine powder, mixed to KBr and pressed under 10 ton. to get a disc, taken to the FTIR analysis This disc with 0,25 mm thickness was taken to the chemistry analysis to obtain cure degree values. The spectra obtained were

taken to the area calculation of the aromatic and alifatic rings where monomer conversion occurred. These values, taken to a mathematic formulation, give cure degree values in percentage. In the statistic analysis (Tukey test) of the results related with depth, the Z100 material showed difference statistically significant under 1mm when compared with the others levels of depth, Whereas the others materials showed hardness values statistically similar in the various depths. As to the hardness values among the different materials, both the 3M products (P 60 and Filtek Z250) didn't show statistic difference between them but they were different from the others materials, wich were statistically different between them. The decreasing hardness order is Alert=Z100=Sure Fill>P60= Z250= Fill Magic> Solitaire = Prodigy. The results analysis reach the conclusion that there is a maintenance of the hardness values on the various depths of the materials analysed. The correlation between hardness and cure degree is positive for all the materials studied.

Key words:

Composite resins
Knoop hardness number
Cure Degree

1. INTRODUÇÃO

O advento de tecnologia que implementou melhores propriedades físicas e mecânicas nos materiais restauradores resinosos, viabilizou a confecção de restaurações estéticas condizentes com as funções requeridas em ambiente bucal. Sabe-se que o uso de técnica incremental visando polimerização adequada do material polimérico, além de uma menor tensão de contração de polimerização, provou ser viável na obtenção de melhores propriedades das restaurações com conseqüente maior vida útil (ADA¹,1977). No entanto, este procedimento expõe o material à uma possível falha por sensibilidade à técnica, além de requerer maior tempo quando da confecção da restauração. (LEINFELDER¹⁵, 1997)

A polimerização adequada é fator crucial na obtenção de melhores propriedades físicas (resistência à abrasão, à fratura) bem como de aceitável desempenho clínico de materiais resinosos (ASMUSSEN & PEUTZFELDT⁴, 1998). No entanto, com resinas compostas cuja base da matriz orgânica é o BisGMA, haverá sempre concentração significativa de duplas ligações de carbono não reagido remanescente na resina composta quando polimerizada em ambiente bucal (CHUNG & GREENER⁶,1988). Acredita-se que isto se deva, principalmente, às limitações na mobilidade molecular imposta pela rápida formação da rede polimérica por ligação cruzada. Uma vez que a completa polimerização exerce efeito nas propriedades mecânicas, na solubilidade, na estabilidade dimensional, na alteração de cor e na biocompatibilidade, o grau de conversão dos sistemas resinosos deve possuir papel importante na determinação do sucesso da restauração. Dessa forma, problemas associados com polimerização inadequada incluem propriedades mecânicas inferiores, solubilidade em meio oral e infiltração com possível recidiva de cárie e conseqüente irritação pulpar (YAP et al.³¹,1999).

Acredita-se que a perda de mobilidade e reatividade diminuída dos radicais poliméricos na grade polimérica altamente viscosa, como no caso de monômeros de alto peso molecular (BisGMA e UEDMA), sempre produz concentração significativa de duplas ligações remanescentes de carbono na resina quando polimerizada pela luz visível (LOVELL et al.¹⁶,2001). Além disso, as estruturas de

duplas ligações de carbono não reagidas advindas de diluentes como o TEGDMA ou substâncias similares podem estar presentes.

Foram introduzidos no mercado odontológico, compósitos denominados de “alta viscosidade”. Com indicação específica para dentes posteriores, a característica viscosa tem proporcionado a expectativa de maior rapidez no procedimento restaurador, principalmente com relação às facilidades na reconstrução de contatos proximais (PRATI²⁰,2000). Assim, de um lado a característica viscosa dos compósitos “condensáveis” parece estar relacionada com as modificações nos componentes inorgânicos do compósito e na distribuição em tamanho das partículas de carga. Por outro lado, a modificação monomérica advinda da adição de monômeros de alto peso molecular possibilitou a formação de um maior número de ligações cruzadas. Estas moléculas grandes têm um deslizamento dificultado de uma sobre a outra, aumentando assim a viscosidade do material, tornando-o “condensável” (de fácil manuseio durante sua inserção no preparo cavitário) . Além disso, a inclusão destes monômeros mais flexíveis possibilitou ao fabricante indicar uma adequada polimerização pela luz visível em espessuras de resina de até 5mm.

Mesmo assim, a principal característica que diferencia os compósitos tradicionais dos “condensáveis” é a viscosidade. Isto porque as propriedades físicas discriminadas em valores de resistência à fratura, resistência à flexão, resistência à tração diametral, dureza Knoop, módulo de elasticidade e contração de polimerização das resinas “condensáveis” são similares às das resinas convencionais ou de média viscosidade.(LEINFELDER¹⁵,1997; ASMUSSEN & PEUTZFELDT⁴,1998).

Com isso, as resinas fotoativadas requerem intensidade de luz visível de, no mínimo, 300 mW/cm² para alcançar polimerização adequada (CRAIG⁵, 1993; FERRACANE¹⁰ 2000). No entanto, à medida que a luz passa através da resina composta, é absorvida e dispersa em função do tipo e tamanho de partícula que contribui para a redução da intensidade e diminuição da efetividade proporcionalmente da polimerização em relação à profundidade. (RUEGGEBERG & CRAIG²¹,1988)

Outros fatores como tempo de exposição à luz e distância da fonte de luz também podem afetar a profundidade de polimerização de resinas fotoativadas (RUEGGEBERG et al.²³,2000) . Unidades emissoras de luz visível geralmente falham no preenchimento das demandas para restaurações resinosas mais complexas. Fornecimento inadequado de potência, tempos longos de polimerização, pontas estreitas de emissão de luz (< 12 mm de diâmetro) e a degradação dos componentes (bulbo, refletores, filtros e as pontas de emissão de luz) fazem com que seja difícil polimerizar adequadamente resinas compostas, especialmente em áreas profundas.(RUEGGEBERG et al.²³,2000).

O grau de conversão de resinas restauradoras com matriz orgânica baseada principalmente em BisGMA pode ser quantificado sujeitando o material ao ensaio de espectroscopia infravermelha de Fourier (FTIR). O uso deste método direto, aliado à prática de mensuração de propriedades mecânicas como meio de avaliar indiretamente o grau de polimerização deste material tem se mostrado eficaz na caracterização do comportamento deste material em meio bucal(LOVELL et al.¹⁶,2001)

O ensaio de dureza tem sido considerado como indicador adequado do grau de conversão ou polimerização de resinas compostas e método capaz de prever o desempenho clínico do material restaurador resinoso. (VARGAS et al.³⁰,1998)

De todos os métodos indiretos utilizados isoladamente ou em combinação, a dureza Knoop mostrou ser a melhor forma de prever o grau de conversão de resinas compostas fotopolimerizáveis (RUEGGEBERG & CRAIG²¹,1988). Assim, ASMUSSEN² (1982) registrou correlação entre a dureza Wallace, resistência à tração diametral e grau de conversão pela FTIR para resinas compostas experimentais. FERRACANE¹¹ (1985) também verificou correlação entre os resultados obtidos através dos ensaios de grau de conversão pela espectrometria FTIR e várias propriedades mecânicas, entre elas resistência à fratura e a abrasão.

Como as alterações nos componentes inorgânicos e orgânicos das resinas compostas mostram reflexos diretos nas propriedades físicas e dependem da reação química de polimerização, torna-se importante avaliar a possível correlação entre o grau de conversão do polímero e a sua dureza pós-polimerização.

2. REVISÃO DA LITERATURA

Em 1976, RUYTER & GYÖRÖSI²⁴ realizaram estudo com propósito de determinar a quantidade de grupos metacrilatos não reagidos após a reação de polimerização de selantes dentais, por meio de ensaio de espectroscopia de transmissão infravermelha. As medidas de absorbância foram feitas antes e após a polimerização, decorrido um tempo de armazenagem de 24 horas a 37 °C. As amostras foram confeccionadas através da mistura dos selantes e prensagem para a formação de película entre dois discos de brometo de potássio. Os resultados mostraram que há diferença na quantidade de grupos metacrilatos não reagidos entre as marcas comerciais estudadas. Esta variação parece estar ligada à composição do selante, pois o alto grau de conversão é consequência do grande número de moléculas pequenas de metil metacrilato capazes de sofrer difusão e decorrente reação com as terminações ativas mesmo após o aumento de viscosidade. Há uma correlação positiva entre o aumento na concentração do monômero Bis-GMA e a quantidade de grupos metacrilatos não saturados.

Em 1977, a especificação número 27 da Associação Dentária Americana (ADA¹) para resinas compostas utilizadas em restaurações diretas para dentes anteriores estabeleceu tempo de presa, opacidade, estabilidade de cor, resistência à tração diametral, sorção de água e os requisitos necessários para se proceder aos ensaios para obtenção destas grandezas.

Em 1977, RUYTER & SVENDSEN²⁷ determinaram a quantidade de grupos metacrilatos remanescentes não reagidos por meio de espectroscopia de reflexão interna infravermelha em resinas compostas polimerizadas. Estas medidas foram obtidas antes e após polimerização e armazenagem a 37 °C por 24 horas. As amostras foram preparadas de forma a garantir que as propriedades da superfície simulassem as propriedades do corpo da resina. A quantidade de grupos metacrilatos remanescentes nas resinas estudadas variou entre 25 a 48%. Os resultados mostraram que resinas compostas exibem diferentes graus de

conversão 24 horas após a polimerização. Estas diferenças podem estar correlacionadas com as diferenças encontradas na composição monomérica das resinas compostas.

Em 1982, RUYTER & OYSAED²⁵ estudaram o grau de conversão de resinas compostas ativadas por luz visível e luz ultra-violeta em diversas espessuras. Foi utilizado o ensaio de espectroscopia de reflexão interna múltipla. Foi possível determinar a espessura máxima do material para se alcançar o grau de conversão aceitável. Este estudo demonstrou que o grau de conversão a diferentes profundidades e espessura máxima preconizada para resinas compostas dependem da composição deste material, da fonte de luz e do tempo de exposição do material ao fator iniciador da reação de polimerização. Os materiais ativados por luz visível mostraram maior grau de conversão em espessuras maiores do que os ativados por luz ultra-violeta. Melhores resultados foram obtidos em relação à profundidade de polimerização com materiais compostos por partículas inorgânicas de tamanho convencional do que naqueles contendo micro-partículas. O fator limitante na profundidade de polimerização parece ser a dispersão de luz. O máximo de dispersão de luz é atingido quando o tamanho da partícula é metade do comprimento de onda da luz ativadora .

Em 1982, ASMUSSEN² dissociou a matriz orgânica de resinas compostas química e foto ativadas das suas partículas de carga para a obtenção do grau de conversão deste material. O método utilizado para a remoção das partículas de carga foi através da dissolução da resina composta, a matriz remanescente foi levada à análise de grau de conversão por meio do ensaio de espectroscopia de transmissão infravermelha. Para resinas quimicamente ativadas foram analisadas as quantidades de amina terciária e peróxido de benzoíla existentes no monômero. As resinas fotoativadas foram comprimidas entre duas placas de vidro até formar um filme de 40 μm de espessura com diâmetro de 5mm. As amostras foram analisadas em espectroscopia de transmissão infravermelha antes e após a polimerização. Para resinas compostas fotoativadas, a quantidade de duplas ligações remanescentes variou entre 23 e 43%. Para resinas quimicamente polimerizáveis, a quantidade de ligações remanescentes diminuiu com o aumento

no conteúdo de amina e peróxido e aumentou com a presença de um inibidor. Dos três fatores, o conteúdo de peróxido foi o de maior influência. Para quantidades constantes de amina, peróxido e inibidor, o número de duplas ligações remanescentes diminuiu com o aumento de BisGMA. A quantidade de duplas ligações remanescentes de um material fotopolimerizável foi relativamente pequena quando comparada à quantidade presente nos materiais quimicamente polimerizáveis. Uma maior extensão de polimerização de materiais fotopolimerizáveis leva a maior resistência à impressão através do ensaio de dureza Knoop da matriz do polímero levando a um aumento da resistência à abrasão do material.

Em outro trabalho realizado no mesmo ano³, o referido autor realizou uma correlação entre valores obtidos de dureza e quantidade de duplas ligações remanescentes. Fatores que afetam a dureza da resina foram analisados. Além disso, a resistência à tração das resinas compostas foi medida e relacionada ao sistema catalítico do polímero. Foi encontrado que, para uma determinada composição do monômero, o número de dureza Wallace cresceu com o aumento de conteúdo de inibidor, diminuindo com o aumento de peróxido, e permaneceu o mesmo quando foram efetuadas mudanças no conteúdo de amina. A dureza foi correlacionada com a quantidade de duplas ligações remanescentes no polímero. Polímeros baseados em BisGMA não mostraram variação em dureza quando o monômero de origem variou com respeito ao conteúdo de monômero diluente ser bi ou tri-funcional. Polímeros fotopolimerizáveis foram mais resistentes à penetração quando comparados aos materiais quimicamente polimerizáveis. A resistência à tração de resinas compostas foi predominantemente determinada pelo conteúdo monomérico de peróxido e aumentada com a adição deste composto. A resistência à tração teve correlação com a quantidade de duplas ligações remanescentes no polímero estudado.

Em 1984, FERRACANE & GREENER¹² compararam dois métodos de análise de espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier em resinas compostas baseadas em BisGMA sem carga. A concentração de diluente, o padrão de polimerização e o tipo de ativador foram estudados. O grau de

conversão variou entre 55 e 72% e mostrou-se maior para as resinas compostas mais diluídas. A obtenção da amostra foi realizada de duas maneiras: através da prensagem do material entre duas janelas de vidro de KBr ou através da polimerização de um cilindro de resina (6 X 3mm), desgaste, pulverização e aglutinação ao sal de KBr, prensagem e obtenção de película para submissão ao ensaio. O grau de conversão foi levemente maior nas amostras obtidas através de cilindro em comparação com os resultados obtidos através da técnica da película, mas as duas técnicas parecem fornecer resultados úteis e reproduzíveis para resinas compostas.

Em 1985, FERRACANE¹¹ estudou a correlação entre dureza Knoop e grau de conversão de duplas ligações de carbono, determinado pela espectroscopia de transmissão infravermelha, durante a reação de polimerização de três resinas sem carga. Para uma resina específica, aumento no valor de dureza correlaciona-se bem com o aumento no grau de conversão durante a polimerização. No entanto, um número absoluto de dureza Knoop não pode ser utilizado para prever o grau de conversão quando se compara diferentes resinas. As duas técnicas para a determinação da extensão de polimerização de resinas odontológicas nem sempre podem ser utilizadas indiscriminadamente, uma vez que cada uma é sensível à diferentes variáveis.

ELIADES et al.⁹, em 1987 pesquisaram o padrão de polimerização de resinas compostas fotopolimerizáveis disponíveis comercialmente. A espectroscopia de transmissão infravermelha foi utilizada para avaliar o grau de conversão em função da distância da superfície exposta à luz visível e o tempo de exposição à esta fonte ativadora do processo de polimerização. Foram obtidos valores de dureza Knoop para cada profundidade estudada com a finalidade de relacionar estes resultados com os obtidos através do ensaio de grau de conversão. Os resultados indicaram que materiais microparticulados apresentaram menor profundidade de polimerização e maior quantidade de ligações não convertidas em função da distância da fonte de luz e do tempo de exposição. A profundidade de polimerização, padrão de dureza e padrão de polimerização são aumentados com a maior concentração de partículas inorgânicas.

Em 1987, RUYTER & OYSAED²⁶ realizaram estudo com o propósito de determinar a composição, assim como a conversão após a polimerização, de algumas resinas compostas de uso odontológico. Oito resinas compostas indicadas para uso em dentes posteriores e duas para dentes anteriores foram estudadas. O peso e volume da fração de partículas inorgânicas foram determinados pela combustão do material e posterior análise picnométrica. Os monômeros foram analisados qualitativa e quantitativamente pela cromatografia líquida de alto desempenho, espectroscopia de ressonância magnética nuclear, e cromatografia permeada por gel. A espectroscopia de reflexão interna infravermelha foi aplicada para determinação da conversão dos grupos metacrilatos. Os materiais fotoativados foram examinados a profundidades crescentes até o nível de conversão considerado adequado. Este estudo demonstrou que o grau de conversão pode estar relacionado com a composição dos monômeros e oligômeros utilizados nestes materiais.

Em 1987, DEWALD & FERRACANE⁸ compararam quatro métodos para avaliação de profundidade de polimerização de resinas compostas ativadas por luz visível. Os métodos foram: dureza, espectroscopia de transmissão infravermelha, microscopia óptica e raspagem. Amostras cilíndricas com 5 mm de diâmetro foram confeccionadas, armazenadas a 37°C por 48 horas e seccionadas a 1,2,3,4 e 5 mm para os ensaios de dureza e grau de conversão. Para o ensaio através da espectroscopia as amostras foram analisadas antes e após a polimerização. A comparação entre os quatro tipos de teste usados para determinação de profundidade de polimerização leva a concluir que os métodos óptico e de raspagem correlacionam bem mas superestimam a profundidade de polimerização quando comparado com os valores de dureza Knoop e grau de conversão. Embora o método de dureza Knoop tenha boa correlação com o grau de conversão, o último mostrou redução mais drástica com o aumento da profundidade, sendo o método mais sensível para avaliar o grau de conversão.

Em 1988, CHUNG & GREENER⁷ realizaram estudo com sete resinas compostas disponíveis comercialmente indicadas para dentes posteriores através da espectroscopia de transmissão infravermelha. Foi obtido um espectro para

cada material analisado e os valores percentuais do grau de conversão foram obtidos pela razão entre as áreas calculadas abaixo dos picos de anéis alifáticos e anéis aromáticos. O grau de conversão variou entre 43,5 a 73% para as resinas avaliadas. O resultado deste estudo foi semelhante às variações previamente obtida de resinas com composição baseada em BisGMA e resinas compostas indicadas para dentes anteriores.

RUEGGERBERG & CRAIG²¹ realizaram estudo em 1988 correlacionando os parâmetros de determinação de grau de conversão de resinas compostas fotoativadas através de grau de conversão (FTIR), dureza Knoop, sorção de água e desgaste da resina. Estes métodos foram comparados quanto à sua habilidade de distinguir as diferenças entre as espessuras das amostras de resina composta. O método desenvolvido permitiu a confecção de amostras de resina foto ativada com grau de conversão controlado para fins de ensaio, eliminando o efeito de perda de resina durante o polimento ou aumento do grau de conversão como resultado da calor gerado durante o desgaste. Dentre os métodos analisados, o ensaio de dureza Knoop e a espectroscopia de transmissão infra vermelha de Fourier mostraram ser os mais sensíveis na obtenção de resultado de predição de grau de conversão monomérica.

Em 1990, CHUNG & GREENER⁶ correlacionaram o grau de conversão, a concentração de partículas de carga e as propriedades mecânicas de sete resinas fotopolimerizáveis indicadas para dentes posteriores. O grau de conversão variou entre 43,5 a 73,8%. A fração em peso de partícula de carga obtida esteve em torno de 66,4 a 85,2%. A fração volumétrica de partícula de carga variou de 58,2 a 74,2%. Os valores médios de resistência diametral à compressão e à tração variou entre 242,3 a 324,7 MPa e de 39,8 a 62,6 MPa respectivamente. Correlações significantes foram observadas entre fração volumétrica da partícula e resistência à tração diametral e a fração volumétrica de partícula e dureza Knoop. Nenhuma correlação foi encontrada entre grau de conversão e as propriedades mecânicas das resinas estudadas. Devido à correlação positiva entre o volume de partícula e a resistência diametral à tração e dureza Knoop, conclui-se que a concentração

de partículas tem papel importante na determinação das propriedades de resinas compostas para uso em dentes posteriores.

RUEGGERBERG et al.²², em 1990 observaram em seu trabalho que, devido às mudanças na composição monomérica das resinas compostas, algumas modificações nos ensaios para obtenção dos valores do grau de conversão necessitam ser feitas. Para tanto, seu estudo investigou métodos utilizados para determinar a conversão de monômeros através da espectroscopia de transmissão infravermelha. Foram estabelecidos procedimentos de calibração dos métodos para análise de resinas baseadas em BisGMA, TEGDMA e Bisfenol-A. Foram determinadas as áreas correspondentes às bandas dos espectros. O modelo de calibração BisGMA/TEGDMA simula de maneira aproximada os valores de conversão obtidos quando uma resina composta comercial é usada.

CRAIG⁵, em 1993, em capítulo de livro dedicado à descrição de resinas compostas versou sobre as principais propriedades mecânicas e químicas destes materiais. Dentre as propriedades analisadas, o valor de dureza Knoop ideal foi estabelecido para o material, considerando ainda a profundidade de polimerização. Segundo este autor, o valor de dureza Knoop em profundidade não deve ser menor que 80 % daquele obtido na superfície em íntimo contato com a luz halógena.

GUERRA et al.¹³, em 1996, estudaram a utilidade da banda localizada a 1537 cm^{-1} nos espectros obtidos após ensaio por meio de espectroscopia de transmissão infravermelha das resinas compostas de uso odontológico como referência interna para fins de cálculo de conversão monomérica de materiais restauradores baseados em UDMA e selantes. Os autores concluíram que existe correlação entre absorbância do pico C=C alifático e a quantidade de duplas ligações residuais obtida quando a absorbância do pico a 1537 cm^{-1} é utilizado como referência interna. Este método quantitativo é muito útil na determinação dos valores de conversão para misturas baseadas em UDMA.

Em trabalho publicado em 1996, PARK & LEE¹⁸ determinaram as mudanças no grau de conversão das resinas compostas de espessuras variáveis após polimerização por calor e avaliaram a sensibilidade do material à distância da

fonte emissora de luz visível. Vinte amostras cilíndricas(5 mm x 4 mm) foram confeccionadas em matrizes de Teflon e polimerizadas com luz visível por 60 segundos. Destas amostras, 10 foram aquecidas adicionalmente em forno para confecção de incrustação. As amostras foram seccionadas em quatro espessuras, sendo que cada secção foi desgastada até uma espessura de 50 a 70 μm e analisadas pelo uso da técnica padrão de espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier com o objetivo de determinar o grau de conversão do material. Os resultados demonstraram que os valores percentuais de grau de conversão diminuíram com o aumento da distância da fonte de luz. No entanto, com o aquecimento da amostra, um aumento significativo dos valores de grau de conversão foi registrado através do ensaio FTIR.

Em revisão sobre os sistemas restauradores realizada em 1997, LEINFELDER¹⁵ descreveu os esforços realizados por pesquisadores para desenvolver formulações poliméricas capazes de substituir incrustações cerâmicas em superfícies oclusais de restaurações posteriores. Em muitos casos, as resinas desenvolvidas apresentaram resistência à abrasão insuficiente, enquanto os materiais cerâmicos tiveram história de abrasão severa no dente antagonista. Baseado em avaliação clínica, sucesso foi alcançado com as resinas indicadas para substituir o amálgama em restaurações posteriores

Em 1997, em sua revisão sobre os sistemas monoméricos, PEUTZFELDT¹⁹ delineou a história dos monômeros utilizados na composição de resinas compostas. Os sistemas atuais baseados em BisGMA utilizam ainda uretanos e oligômeros. As principais deficiências das resinas compostas são sua contração de polimerização e resistência insuficiente ao desgaste quando sob forças mastigatórias. Estes fatos são altamente influenciados pelo sistema monomérico, Pelo uso de aditivos com função de agente de transferência, os sistemas monoméricos tiveram o grau de conversão aumentado com melhor desempenho mecânico. Muitas das modificações realizadas nos sistemas monoméricos prometem implementar a longevidade de restaurações de resinas compostas e expandir a indicação do material.

Em estudo conduzido por ASMUSSEN & PEUTZFELDT⁴ em 1998, determinou-se o efeito dos monômeros BisGMA, UDMA e TEGDMA nas propriedades mecânicas de resinas compostas experimentais. Foram produzidas 30 misturas monoméricas compostas por TEGDMA e BisGMA e/ou UDMA. Misturas monoméricas foram produzidas com a substituição sucessiva de BisGMA por UEDMA. As amostras confeccionadas por meio de polimerização com luz visível foram analisadas quanto à sua resistência à tração, resistência à flexão e módulo de elasticidade. Os resultados mostraram que houve aumento na resistência à flexão e à tração quando o BisGMA foi substituído por TEGDMA ou UDMA. Além disso, para uma dada concentração de UDMA variações no conteúdo de BisGMA e TEGDMA aumentaram os valores de módulo de elasticidade. A variação nas quantidades relativas de UDMA, BisGMA e TEGDMA tem efeito significativo nas propriedades mecânicas das resinas compostas. Portanto, pela seleção de combinações específicas destes componentes pode-se obter compósitos com propriedades mecânicas melhoradas.

KAWALL et al.¹⁴, em 1998 compararam a resistência à abrasão de sete resinas compostas experimentais cuja composição monomérica foi alterada. As resinas experimentais foram feitas por meio de combinação do BisGMA, EDMA, TMPT e TEGDMA, canforoquinona, dimetilaminoetil metacrilato e di-tert-butil-p-cresol. As amostras de resina foram armazenadas em ambiente aberto por duas semanas, e então submetidas ao ensaio de abrasão. Após realizado o ensaio, o desgaste de cada amostra foi determinado pela mudança no peso da mesma. As resinas compostas por TMPT-TEGDMA mostraram maior resistência ao desgaste, enquanto as resinas baseadas em BisGMA e UDMA mostraram maior resistência ao desgaste com o aumento no conteúdo de TEGDMA. Além disso, uma relação inversa entre o número de dureza e a quantidade de desgaste das respectivas resinas foi confirmado.

Em 1998, VARGAS et al.³⁰ realizaram um estudo com o propósito de comparar a polimerização de resinas compostas como indicado pela dureza, e profundidades crescentes usando uma fonte ativadora de argônio em comparação com a luz visível. Foi utilizada uma resina composta reforçada com micropartículas

(Silux Plus) e uma híbrida (TPH). Foram confeccionadas quatro amostras por grupo pela inserção da resina em matriz de Teflon de dimensões 3 x 3 x 8 mm, polimerizadas por 40 segundos com luz visível ou 30, 20 ou 10 segundos para a luz de argônio. As amostras foram armazenadas em um recipiente à prova de luz por 24 horas a 37°C, então foi realizado o ensaio de dureza Knoop. Quatro medidas foram realizadas para cada amostra nas profundidades de 0, 1, 2, 3 e 4 mm distante da superfície de exposição. Não foram encontradas diferenças significantes na dureza de superfície tanto para a resina microparticulada quanto para a híbrida, a despeito do tempo de exposição. Para a resina microparticulada, a 1, 2, 3 e 4 mm, a luz visível a 30 e 40 segundos proporcionou valores de dureza Knoop significativamente maiores do que aqueles encontrados para luz de argônio a 20 e 10 segundos. À profundidade de 4 mm, a exposição à luz visível por 40 segundos resultou em valores de dureza Knoop maiores quando comparados à luz de argônio a 20 segundos. Com exposição à luz de argônio a 10 segundos, a resina se apresentou resiliente demais para ser submetida ao ensaio de dureza. A resina composta híbrida apresentou valores de dureza comparáveis aos precedentes nas profundidades de 3mm para luz visível a 40 segundos e aplicação de luz de argônio a 30 e 20 segundos.

SHAJII & SANTERRE²⁸, em 1999 realizaram estudo com o propósito de delinear o efeito do conteúdo de partícula de carga de resinas compostas. Os materiais apresentaram composições baseadas em BisGMA e TEGDMA. As resinas compostas foram produzidas utilizando concentrações em peso de partículas de sílica de 20 e 40%. As amostras foram armazenadas em soluções de colesterol esterase ou fosfato tamponado por 8, 16 e 32 dias. Os produtos foram isolados por cromatografia líquida de alto desempenho e identificado por espectrometria de massa. Os produtos identificados incluíram o TEGDMA, o bishidroxipropoxi-fenilpropano (bis-HPPP) e o TEGMA. O bis-HPPP foi produzido somente na presença da enzima. A quantidade de TEGDMA isolado, em ambos os sistemas monoméricos mostrou ser significativamente maior para materiais incubados com enzima do que seus correlatos tamponados. Entre 0 e 8 dias de incubação com enzima, quantidades significativamente maiores de bis-HPPP e

TEGDMA foram geradas com o material de menor conteúdo de carga do que aquele que apresentava maior conteúdo de partículas, enquanto o efeito oposto foi observado entre os dias 8 e 16. Os dados indicam que a liberação de produtos de biodegradação está na dependência da proporção resina/partícula, e sugerem que este parâmetro deveria ser considerado quando se considera a biocompatibilidade da resina composta utilizada.

FERRACANE¹⁰, em 2000, revisou o status atual das resinas compostas considerando os avanços no que diz respeito à redução de contração de polimerização, sorção de água e de susceptibilidade ao ataque enzimático, assim como aumento no grau de conversão e melhora nas propriedades mecânicas. A maior ênfase foi dada na área dos novos sistemas monoméricos com contração de polimerização reduzido. Pesquisas recentes sobre as partículas utilizadas abrangeram diversas áreas, entre elas reforço por fibras, partículas porosas e estruturas tridimensionais, a inclusão de cargas com efeito anticariogênico, alteração do tratamento com silano para aumentar a estabilidade da união matriz orgânica/partícula de carga, nanotecnologia e partículas modificadas para reduzir a indução de tensão interna. A ênfase principal tem sido no desenvolvimento de resinas compostas com consistência mais viscosa para serem utilizadas como condensáveis com manipulação semelhante à do amálgama. Ainda persistem os esforços para o desenvolvimento de resinas compostas mais resistentes à fratura e ao desgaste.

RUEGGERBERG et al.²³, em 2000, realizaram estudo com o propósito de averiguar a profundidade de polimerização utilizando várias unidades foto ativadoras e diversos protocolos de exposição. A resina composta Herculite (Kerr) inserida em cápsulas opacas foi exposta a luz emitida por uma unidade convencionais de quartzo e tungstênio, uma unidade de emissão gradual de luz, uma unidade de emissão de alta intensidade de luz e uma unidade de emissão de laser de argônio. As cápsulas foram limpas em banho de ultrassom para remoção de resina não polimerizada, seccionadas e polidas no seu longo eixo para expor a resina polimerizada. O ensaio de dureza Knoop foi realizado a 0,5mm da superfície que recebeu a emissão de luz e a cada 1 mm de profundidade. Os

valores de dureza Knoop foram comparados pela análise de variância nas profundidades semelhantes dentro de cada classificação de fonte emissora de luz. Os autores obtiveram resultados nos quais as unidades provedoras de luz halógena de alta intensidade forneceram valores de dureza semelhantes a 20 ou 40 segundos. Os resultados obtidos pela emissão de luz com potência gradual mostraram ser semelhantes aos obtidos pela emissão de luz utilizando unidades convencionais. A profundidade de polimerização de todos os grupos não foi maior que 2mm. Os autores concluíram que unidades emissora de luz de alta intensidade e unidades que utilizam aumento gradual de potência na emissão de luz fornecem resinas compostas com valores semelhantes de dureza Knoop. Mesmo levando-se em consideração a eficiência das unidades de emissão de luz, os incrementos de resina composta não deveriam ser maiores que 2mm.

PRATI²⁰, em 2000 revisou estudos clínicos realizados com resinas compostas indicadas para dentes posteriores comparando o desempenho clínico dos materiais monoméricos ativados quimicamente e através de luz visível com o amálgama de prata. O autor concluiu que após 3 anos de observação clínica, a resina composta “condensável” fotoativada mostrou ter expectativa de vida útil em função no meio oral semelhante à encontrada para o material amálgama de prata para restaurações classe II.

YAP et al.³¹, em 2000, realizaram um estudo com o propósito de investigar a liberação de ácido metacrílico de quatro resinas compostas odontológicas: Silux Plus(3M), Z100 (3M), Ariston pHc (Vivadent) e Surefil (Dentisply). Três amostras em formato de disco (10 x 0,2mm) foram preparadas para cada material usando matriz pré-fabricada. Cada disco foi armazenado em saliva artificial por 24 horas a 37°C, lavadas e imersas em água deionizada em recipiente à vácuo. O recipiente foi centrifugado a uma velocidades de 80 rpm por 24 horas a 37°C em incubador orbital. Após 24 horas, a água foi removida e analisada. As amostras foram então novamente imersas em outra água recém deionizada. O procedimento de remoção e incubação do material em água foi repetido por um período de 7 dias. As soluções obtidas deste procedimento foram filtradas e injetadas em um sistema de eletroforese por capilaridade para análise imediatamente após a coleta. Análise

estatística foi feita por ANOVA e teste Scheffe. Para os dias 1-7, o ácido metacrílico liberado em água por Ariston a 37°C foi significativamente maior do que o de outros compósitos. O grau de menor para a maior liberação de ácido metacrílico durante 7 dias foi Z100 (5,66ppm)< Silux (8,81ppm)<Surefil (20,21ppm)<Ariston(519,04ppm). A liberação do ácido metacrílico foi maior no primeiro dia de incubação para todos os materiais e geralmente diminuiu com o tempo. Alguns compósitos podem liberar altos graus de ácido metacrílico. Os efeitos biológicos de tais níveis de liberação de ácido metacrílico não são conhecidos e necessitam pesquisas adicionais in vivo e in vitro.

Em 2001, STANSBURY & DICKENS²⁹ determinaram a validade e praticabilidade de técnicas de espectroscopia infravermelha para a mensuração de grau de conversão de resinas compostas. Estas medidas utilizaram duas técnicas: 1) foram confeccionadas amostras em resina composta baseada em BisGMA/TEGDMA fotopolimerizada em espessura de 3mm, desgastadas e re-analisadas em películas de KBr pela espectroscopia infravermelha média. 2) Para completar a análise do material, esta película foi fotopolimerizada e analisada por espectroscopia infravermelha média. Películas resultantes de compressão foram examinadas pelo método de espectroscopia infravermelha convencional. Os valores obtidos para o grau de conversão entre as técnicas de espectroscopia analisadas não diferiram significativamente. Uma correção para uma mudança na espessura da amostra devido à contração de polimerização foi aplicada para as medidas de conversão através de espectroscopia de transmissão infravermelha, uma vez que um padrão interno de referência não foi aplicado. A sensibilidade da técnica de espectroscopia de transmissão infravermelha foi superior àquela baseada em espectroscopia de transmissão infravermelha média. A análise não destrutiva de conversão de resinas odontológicas pela espectroscopia de transmissão infravermelha oferece as vantagens da conveniência, dimensões práticas da amostra e precisão quando comparado com os procedimentos de espectroscopia de transmissão infravermelha padrão. Uma vez que o vidro utilizado para manter a amostra nesta técnica é virtualmente transparente no

espectro obtido pela técnica de espectroscopia infravermelha, esta técnica tem excelente potencial para a análise de resinas compostas com partículas de carga.

Em 2001, MOSZNER & SALZ¹⁷ revisaram as resinas compostas disponíveis comercialmente. As resinas compostas atuais contêm uma mistura de vários dimetacrilatos de ligação cruzada, partículas de vidro e/ou sílica e um sistema fotoiniciador. São polimerizadas por irradiação com luz visível. Novos desenvolvimentos de materiais restauradores poliméricos estão focalizados na redução da contração de polimerização, melhora no grau de biocompatibilidade, resistência ao desgaste e propriedades de manipulação. Este padrão pode ser alcançado pelo uso de monômeros de alto peso molecular e partículas de carga otimizadas. Esta revisão descreve os aspectos poliméricos químicos de aplicação de novos monômeros, como os monômeros cíclicos, os líquido-cristalinos, compômeros ou monômeros análogos ao BisGMA ou substitutos para resinas compostas. Além disso, a contribuição de nova tecnologia para obtenção de partículas para a melhoria de resinas compostas é discutida na presente revisão.

Em 2001, LOVELL et al.¹⁶ pesquisaram o efeito do grau de polimerização nas propriedades mecânicas de uma resina odontológica cuja composição se baseia em formulação de dimetacrilatos (75/25% em peso de BisGMA/TEGDMA). O grau de polimerização das amostras foi obtido através do ensaio mecânico e por meio de espectroscopia de transmissão infravermelha. A temperatura de transição vítrea e o seu módulo, em função da temperatura, foram determinados pela análise mecânica dinâmica (DMA). Os sistemas monoméricos foram usados para criar redes parcialmente polimerizadas que não contenham radicais aprisionados. Pela eliminação destes radicais do sistema, a rede formada pode ser caracterizada em função tanto da temperatura quanto da conversão de duplas ligações sem a inclusão de calor advindo da polimerização durante o teste. As amostras compostas por copolímeros foram polimerizadas por sistemas iniciadores de luz visível e ultra-violeta, com variações de quatro ordens de magnitude e temperaturas de polimerização variando em 60°C. Mesmo que o grau de polimerização para estas resinas seja muito diferente, temperatura de transição vítrea e módulo de armazenagem foram medidos para amostras polimerizadas

com o mesmo grau de conversão monomérica final. Este estudo mostrou que sistemas monoméricos compostos por dimetacrilatos de ligação cruzada, como o BisGMA/TEGDMA, exibem estrutura de rede e propriedades semelhantes como função de conversão de duplas ligações, a despeito do método ou do grau de polimerização

3. PROPOSIÇÃO

Considerando a importância de uma adequada polimerização para a longevidade clínica das restaurações resinas compostas e as alterações na composição, tanto nas partículas inorgânicas como nos monômeros e a sua influência direta nas propriedades físicas, a proposta deste estudo foi avaliar o grau de conversão em porcentagem de duplas ligações de carbono ($C=C$) no polímero e a dureza de resinas compostas comerciais em diferentes espessuras de 5mm. Adicionalmente, correlacionar as grandezas obtidas pelo ensaio de dureza Knoop e espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier.

4. MATERIAIS E MÉTODO

Neste estudo foram avaliadas resinas compostas com viscosidades diferentes e indicadas para dentes anteriores e posteriores cujas características estão listadas nas Tabelas 1 e 2.

TABELA 1

Divisão dos grupos experimentais, bem como fabricante e lote das resinas compostas utilizadas neste estudo.

Grupos	Material	Fabricante	Lote
Grupo A	Z100	3M (Divisão Dental)	8004BS
Grupo B	Z250	3M(Divisão Dental)	768-4
Grupo C	P60	3M(Divisão Dental)	9AF
Grupo D	Solitaire	Heraeus Kulzer	40
Grupo E	Fill Magic	Vigodent	981/A
Grupo F	Prodigy	Kerr	905885
Grupo G	Sure Fill	Caulk/Dentsply	545112
Grupo H	Alert	Jeneric/Pentron	800551

TABELA 2

Características das resinas compostas usadas neste estudo .

Material	Composição monomérica	Composição inorgânica	Concentração de carga
Z100	Bis-GMA TEGDMA	Zircônio Sílica	66% vol
Z250	Bis-GMA	Zircônio	60% vol
	Bis-EMA	Sílica	
	UDMA		
P60	UDMA	Zircônio	61% vol
	BisGMA	Sílica	
	Bis-EMA		
Solitaire	Ácido do éster Metacrílico	Vidro de Al-F-Si Vidro de SiO ₂	65% vol
Fill Magic	Bis-GMA	Sílica coloidal	78% peso
	Bis-EMA	Silicado de Ba-Al	
Prodigy	Bis-GMA	Vidro de BaFAlSi	82% peso
	UDMA		56%vol
Sure Fill	Bis-GMA	Vidro de Bo-F-Si	82% peso
	Uretano modif	Vidro de Al-Ba	58%vol
		Sílica coloidal	
Alert	PCDMA	Fibra de carbono	62% vol
	BisEMA	Vidro de BoAlSi	
	DAEMA	Sílica	

4.1. Ensaio de Dureza Knoop

a) Confeção das amostras:

Foram confeccionadas 5 amostras para cada grupo experimental . O material foi inserido em incremento único em uma matriz retangular de resina acrílica isolada com graxa siliconizada ,com orifício cilíndrico de 5mm de diâmetro por 5 mm de espessura, e polimerizado por luz visível, por 40 segundos, emitida por um aparelho XL 1000 (3M – Divisão Dental) com 500 mW/cm^2 pela aferição em um radiômetro (Demetron Coorporation). As amostras foram armazenadas em estufa a 37°C em umidade relativa de 100% por 24 horas em recipiente metálico que impedia a passagem da luz ambiente (Vargas et al. ³⁰ 1998). Em seguida, as amostras foram fixadas em bases de resina acrílica com o auxílio de cera pegajosa e desgastadas longitudinalmente até a região central com disco de carborundum adaptado a baixa rotação sob intensa refrigeração em água destilada (Figura. 1).

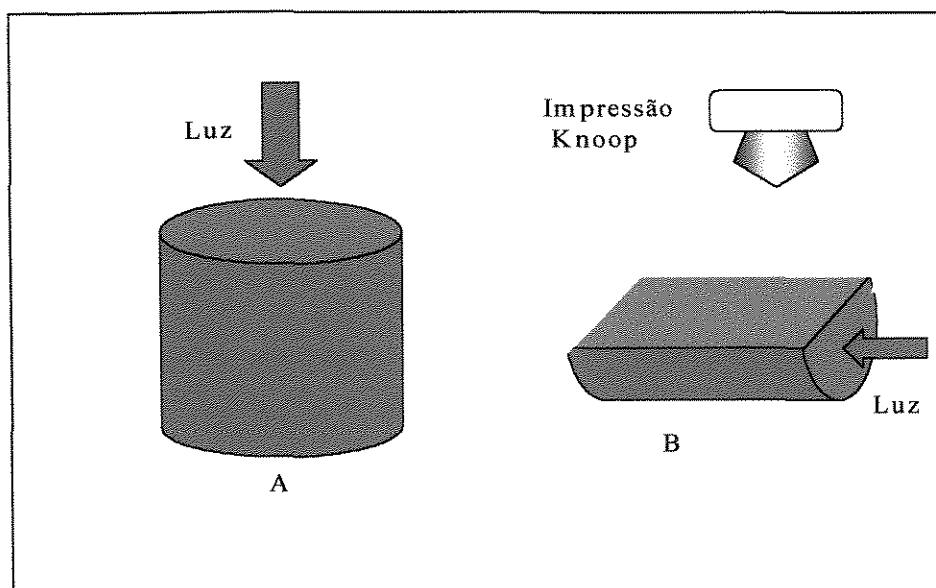


Figura.1- Desenho esquemático do cilindro de resina composta (A) e área desgastada e levada à análise no Ensaio de Dureza Knoop.

A seguir, as amostras foram polidas em politriz elétrica (Arotec-modelo APL 2) com lixas de papel de carbeto de silício de granulação número 400, 600, 1200 (Carborundun – Abrasivo Brasil), seguida por feltros embebidos em pasta diamantada de 6, 3, e 1 μm (Böhler), sob constante refrigeração com água. Cada amostra foi submetida a limpeza em banhos de água destilada sob ultra-som entre cada procedimento de polimento e imediatamente posicionados para o ensaio de dureza Knoop.

b) Realização do ensaio

Os espécimes foram posicionados no suporte porta amostras de um aparelho Shimadzu HVM – 2000 calibrado com carga de 25 g por 12 segundos de penetração para o ensaio de dureza Knoop. O posicionamento e alinhamento da amostra foi realizado com auxílio de laminula de vidro e cera utilidade. Foram realizadas 4 impressões em cada espécime a cada 1 mm no sentido da espessura e da largura. Foi observado 1 mm de distância a cada impressão. Portanto, cada amostra foi sujeita a 16 impressões (Figura 2). Os valores médios de dureza obtidos foram submetidos à análise estatística.

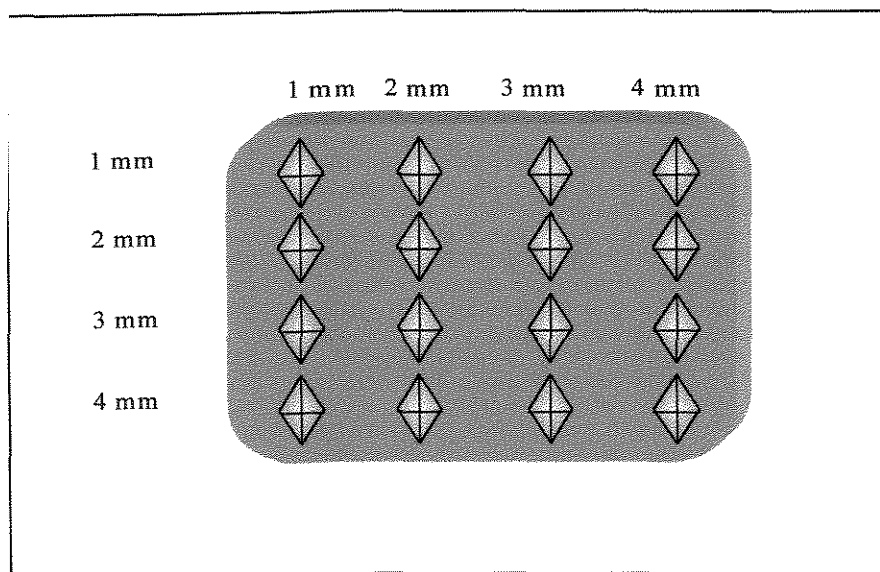


Figura.2- Desenho esquemático da impressão do Ensaio de Dureza Knoop nas amostras.

4.2. Espectroscopia de transmissão infravermelha transformada de Fourier.

a) Confeção da amostra:

Uma amostra de cada grupo discriminado (Tabela 1) foi confeccionada para análise em um espectrofotômetro Nicolet (52 DXFT - IR spectrometer - $400\text{--}4000\text{cm}^{-1}$). Para a obtenção dos valores de Grau de Conversão foram utilizadas amostras antes e após a polimerização.

- Amostra polimerizada

Para análise do material polimerizado foi confeccionada uma matriz retangular em resina acrílica com orifício central com dimensões de 5mm de espessura por 12 mm de diâmetro. A resina composta foi inserida na matriz em incremento único e polimerizada pela luz visível emitida pelo aparelho ativador XL 1000, contendo ponteira com 12 mm de diâmetro, com intensidade luminosa de 500mw/cm^2 , por 40 segundos. Em seguida, a amostra foi armazenada em recipiente metálico em estufa a 37°C e umidade relativa de 100%, por 24 horas. Decorrido este tempo, a superfície que recebeu a incidência direta da luz visível foi seccionada, no sentido transversal da amostra, em secções com 0,5mm de espessura nas profundidades de 1, 2, 3 e 4mm, usando um disco diamantado adaptado ao cortador SBT (Model 650 – Low speed – Diamond Wheel Saw) sob irrigação constante (Figura 3). Cada secção da amostra foi triturada em gral de ágata até a obtenção de um pó fino e misturado a brometo de potássio (KBr) na proporção de 1 de resina para 10 de KBr, em peso. A mistura, inserida em matriz metálica (Figura 4) composta por um recipiente cilíndrico com orifício central com 12 mm de diâmetro no qual é adaptado um pistilo. Sobre este pistilo é inserida a mistura resina/KBr e sobre ela inserido um botão obstrutor do orifício. Todo o conjunto é envolvido por anel metálico e levado à prensa sob carga de 10 toneladas para obtenção de um disco, que foi posicionado no espectrofotômetro de transmissão infravermelha para análise (PARK & LEE ¹⁸ 1996)

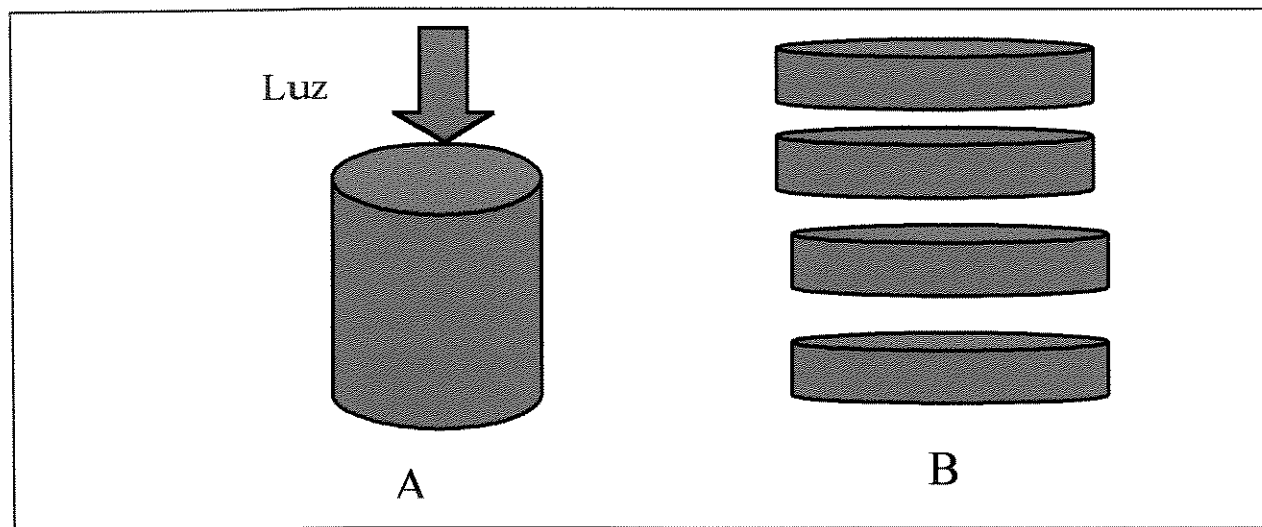


Figura 3- Desenho esquemático do cilindro de resina composta A) e Secções levadas à análise no Ensaio de Grau de Conversão.(B)

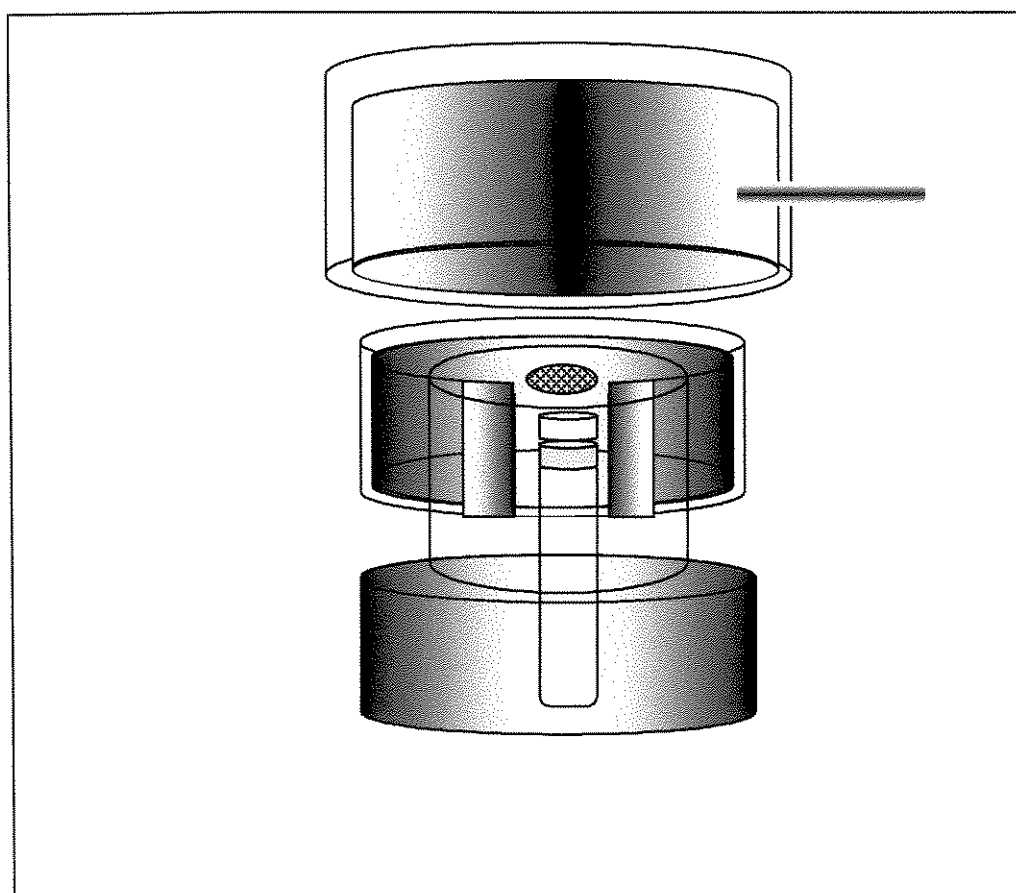


Figura 4: Desenho esquemático da matriz metálica utilizada para confecção de pastilha para análise através de FTIR.

- Amostra não polimerizada

Para obtenção da amostra para análise da resina não polimerizada foi necessária a utilização placas vítreas confeccionadas em KBr, cujo comprimento de onda difere daquele usado para a leitura da resina (Figura 5). Assim, uma porção de resina não polimerizada era centralizada entre duas placas de KBr e prensada até a obtenção de uma película de resina que permitisse a passagem da luz infravermelha ($4\mu\text{m}$ de espessura). Todo procedimento foi realizado em câmara escura e imediatamente posicionado no espectrofotômetro para análise. O processo de análise em FTIR também foi realizado em ambiente escuro para evitar a polimerização da amostra.

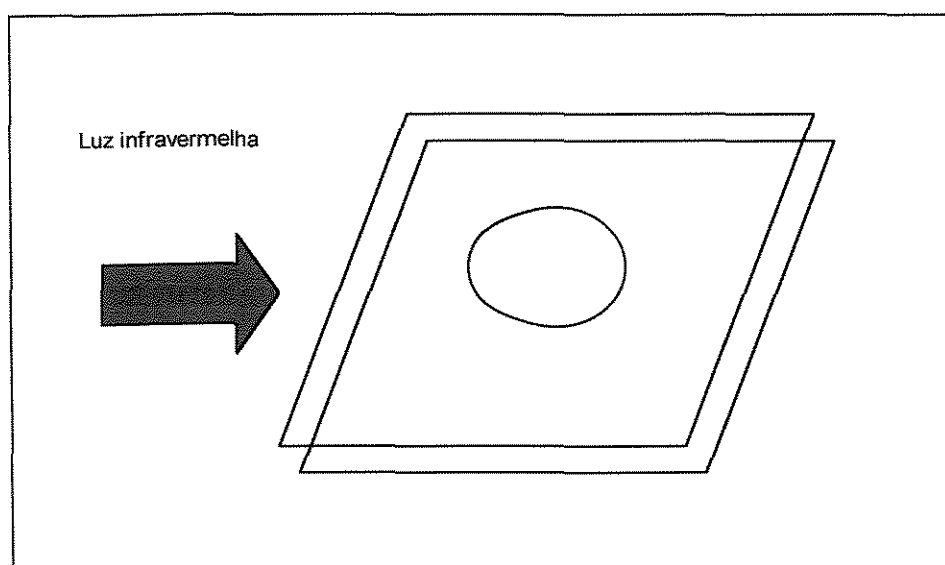


Figura 5 - Desenho esquemático da obtenção da película de resina não polimerizada.

b) Obtenção dos valores percentuais de grau de conversão

Os espectros obtidos de cada amostra foram submetidos a um programa de computador Origin no qual calculou-se a área abaixo de cada banda cujo comprimento de onda coincidissem com os valores correspondentes a um anel aromático e alifático, (Figura 6).

Os valores relativos à área de cada banda correspondem à média entre as absorvâncias de ligações de C=C localizadas a 1640 cm^{-1} (anel alifático) e a 1610 cm^{-1} (anel aromático imutável) para as resinas antes e após a polimerização (Figura 7). A área calculada foi submetida a uma equação matemática que relaciona o material polimerizado e não polimerizado (CHUNG & GREENER ⁷ 1988). Dessa forma, obtêm-se os valores de Grau de Conversão, em porcentagem :

$$(\% \text{ C=C}) = \frac{[\text{Abs (C=C)} / \text{Abs (C...C)}] \text{ do polímero}}{[\text{Abs (C=C)} / \text{Abs (C...C)}] \text{ do monômero}}$$

Onde Abs = absorvância, C=C = duplas ligações de carbono referentes ao anel aromático e C...C são ligações de carbono referentes ao anel alifático.

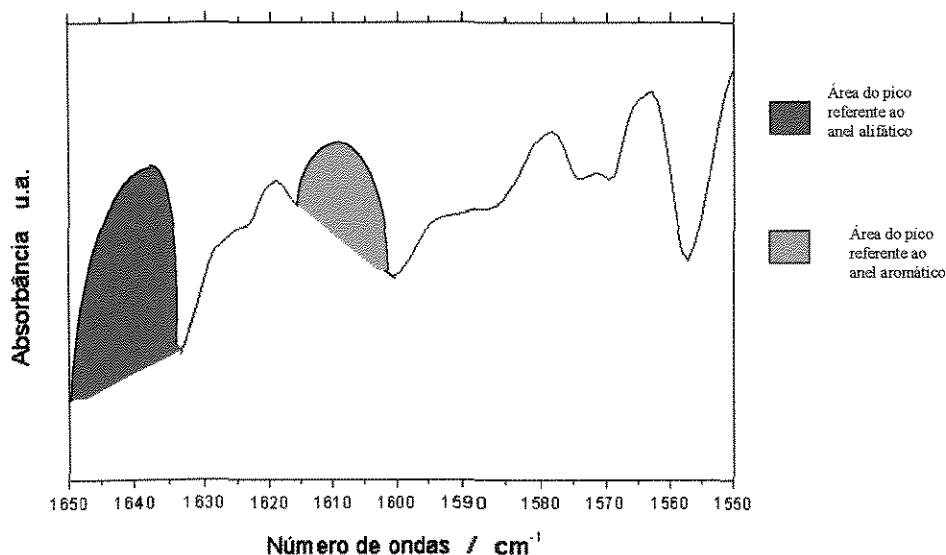


Figura 6- Esquematização gráfica das áreas selecionadas para cálculo de Grau de Conversão.

O ensaio conduzido com a resina não polimerizada é considerado o controle do próprio grupo polimerizado quando a análise é feita por meio de espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier. O espectro obtido da resina não polimerizada fornece os valores de área correspondentes às bandas dos anéis aromáticos e alifáticos que são considerados na equação matemática. Além disso, nos espectros relativos aos grupos de resinas não polimerizadas e polimerizadas existe a presença constante do anel aromático na região de comprimento de onda equivalente a 1608 cm^{-1} . Este anel também é utilizado como controle ou referência interna por ser considerado inerente à composição do material e o valor correspondente à área desta banda é usado no cálculo do grau de conversão (RUEGGERBERG et al. ²² 1990, GUERRA et al. ¹³ 1996, STANSBURY & DICKENS, ²⁹ 2001).

Para fins de comparação, os ensaios com espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier foram repetidos pelo menos uma vez para cada grupo para garantir reprodutibilidade de resultados.

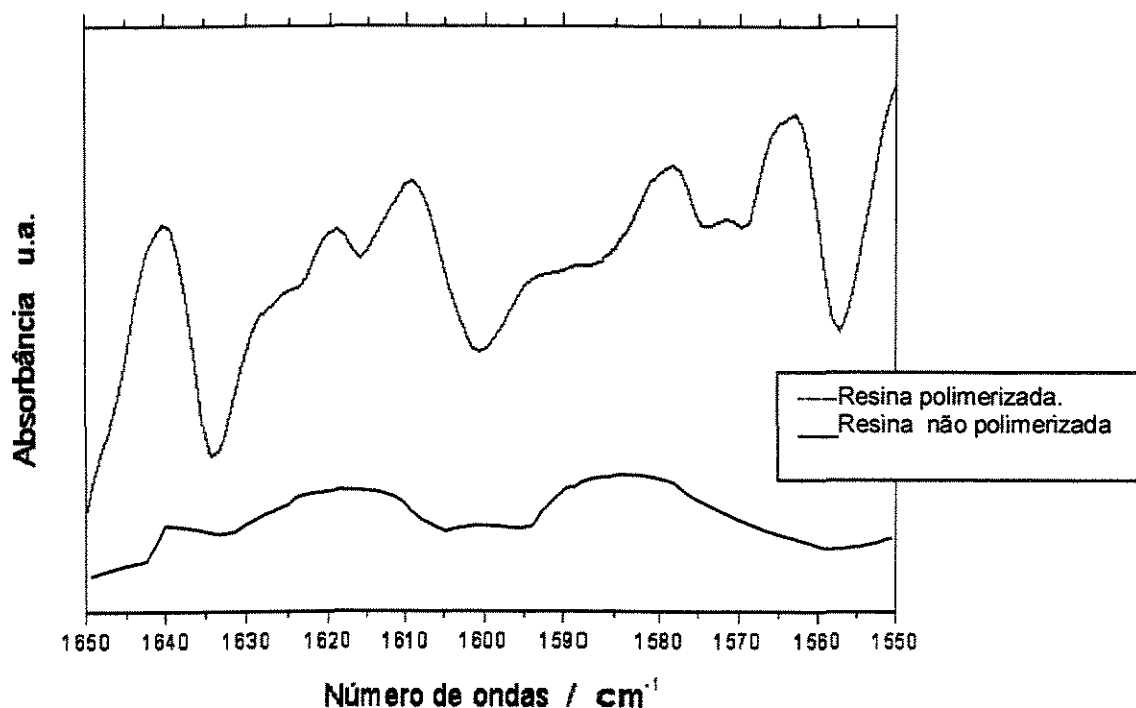


Figura 7- Esquematização dos espectros obtidos de amostras polimerizadas e não polimerizadas.

5 RESULTADOS

5.1. Ensaio de Dureza

Os resultados obtidos por meio de Ensaio de Dureza Knoop estão listados em valores médios na Tabela 3 e Figura 8. A análise de variância demonstrou que não houve diferença estatisticamente significativa entre as diversas profundidades dos grupos experimentais estudados. Quando comparados entre si os materiais estudados apresentaram valores médios com diferenças estatísticas em nível de 5% de probabilidade (Teste de Tukey - Fatorial em nível de 5% com transformação das observações segundo $\sqrt{X+0}$).

Em relação à profundidade de 1mm de espessura, o material Alert apresentou-se superior e estatisticamente diferente em relação a todos os materiais, com exceção de Z100, e Sure Fill.

Os materiais Z100, Sure Fill e Alert foram estatisticamente diferentes aos materiais Z250, P60 e Fill Magic, Solitaire e Prodigy, a 2mm de espessura. Além disso, os valores de dureza Knoop dos materiais Z250, P60 e Fill Magic apresentaram-se diferentes estatisticamente em relação aos materiais Solitaire e Prodigy.

Com 3 mm de espessura, os valores obtidos para o materiais Alert, Sure Fil e Z 100 apresentaram superioridade estatística em relação aos demais materiais. Este padrão se repetiu a 4mm sendo que em ambos os casos, a 3 e 4mm, os materiais Fill Magic, P60 e Z250 apresentaram superioridade estatística em relação ao Prodigy e ao Solitaire.

Na Tabela 4 estão listados os valores de dureza Knoop relacionados com valores percentuais, onde 100% corresponde ao valor de dureza obtido a 1mm de espessura. Assim, pode ser observado que todos os materiais apresentara-se na faixa entre 80 e 100%, exceto os materiais Solitaire e Fill Magic a 4 mm.

TABELA 3

Valores médios de Dureza Knoop ($\text{kg} \cdot \text{mm}^{-1}$)

Material	Profundidade de polimerização			
	1mm	2mm	3mm	4mm
Z100	98,21 (5,95)ab A	87,78 (5,98)ab A	82,03 (7,0)ab A	79,46(6,45)abA
Z250	69,73 (7,25)cd A	68,85 (8,62) b A	68,52 (7,0) b A	65,57(7,14)bcA
P60	73,2(3,22)bcd A	69,00 (3,82) b A	59,67(5,90)bcA	59,65(4,2)bcdA
Solitaire	42,25(1,21)e A	45,14 (2,25) d A	35,61 (1,52)d A	30,20 (1,6) e A
Fill Magic	62,53 (3,20)de A	65,23 (3,83)bc A	67,3 (6,17)b A	54,54(3,0) cd A
Prodigy	45,07 (5,95)e A	38,48 (7,07) cd A	42,88(6,67)cdA	40,52(7,0) de A
Sure Fill	92,35(2,07)abcA	79,85(5,27) ab A	81,87(5,77)abA	79,82(6,18)abA
Alert	106,45(2,73) a A	100,26(2,37)a A	104,53(1,22)aA	98,78(2,01) a A

Valores seguidos de letras distintas, minúsculas na coluna e maiúscula na linha diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5%, pelo teste de Tukey. Os valores de desvio padrão são apresentados entre parênteses.

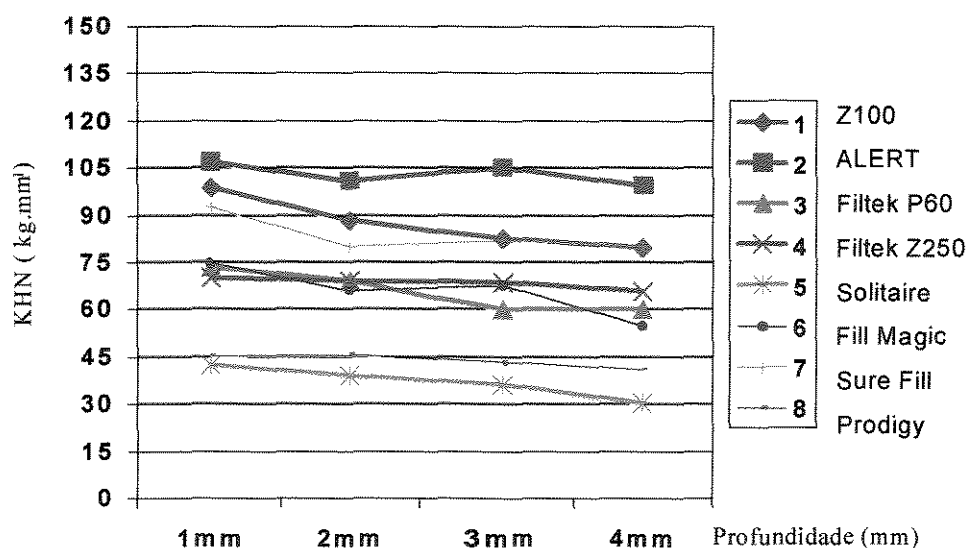


Figura 8- Ilustração gráfica dos padrões de dureza Knoop das resinas compostas investigadas como função da profundidade de polimerização.

TABELA 4:

Valores médios de Dureza Knoop (kg.mm^{-1}) e decréscimo destes valores em porcentagem de acordo com a espessura da amostra.

	Espessura							
	1mm		2mm		3mm		4mm	
Material	KHN	%	KHN	%	KHN	%	KHN	%
Z100	95,92	100	87,78	91,51	80,83	84,26	79,46	82,83
Z250	69,73	100	68,45	98,16	68,53	98,27	67,07	96,18
P60	73,2	100	68,88	94,05	67,89	92,70	59,65	81,45
Solitaire	42,25	100	40,23	95,21	35,61	84,28	31,94	75,59
Fill Magic	74,59	100	65,24	87,46	67,3	90,27	54,55	73,13
Prodigy	45,09	100	45,15	100	42,82	94,96	40,52	89,86
Sure Fill	92,35	100	79,86	86,47	81,87	88,65	79,83	86,44
Alert	106,4	100	100,2	94,16	104,5	98,19	98,77	92,78
	5		4		3			

5.2. Grau de conversão

O percentual de Grau de Conversão foi diminuindo na proporção em que foi aumentada a espessura de resina durante a polimerização (Tabela 5 e Figura 9). Esta redução foi maior para o material Solitaire. No entanto, observou-se uma estabilidade nos valores de grau de conversão para os demais materiais.

Os maiores valores percentuais de redução de conversão estão entre 2 e 3mm do material Z250, onde ocorreu uma diminuição na ordem de 2% do grau de conversão do material, redução esta que se manteve a 4mm. O material Prodigy apresentou a mesma redução entre 2 e 3 mm.

A reprodutibilidade dos resultados obtida através da repetição do ensaio mostrou resultados coerentes com os valores originais.

TABELA 5.

Valores (em %) de Grau de Conversão em profundidade para os materiais utilizados neste estudo.

Material	Espessura			
	1mm	2mm	3mm	4mm
Z100	99,42	99,44	99,92	98,93
Z250	99,22	99,03	97,44	97,65
P60	99,86	99,6	98,41	99,91
Solitaire	99,78	98,12	99,25	96,10
Fill Magic	99,51	99,35	98,77	98,59
Prodigy	99,92	99,79	97,65	99,53
Sure Fill	99,31	99,85	99,17	99,20
Alert	99,74	99,09	99,31	98,04

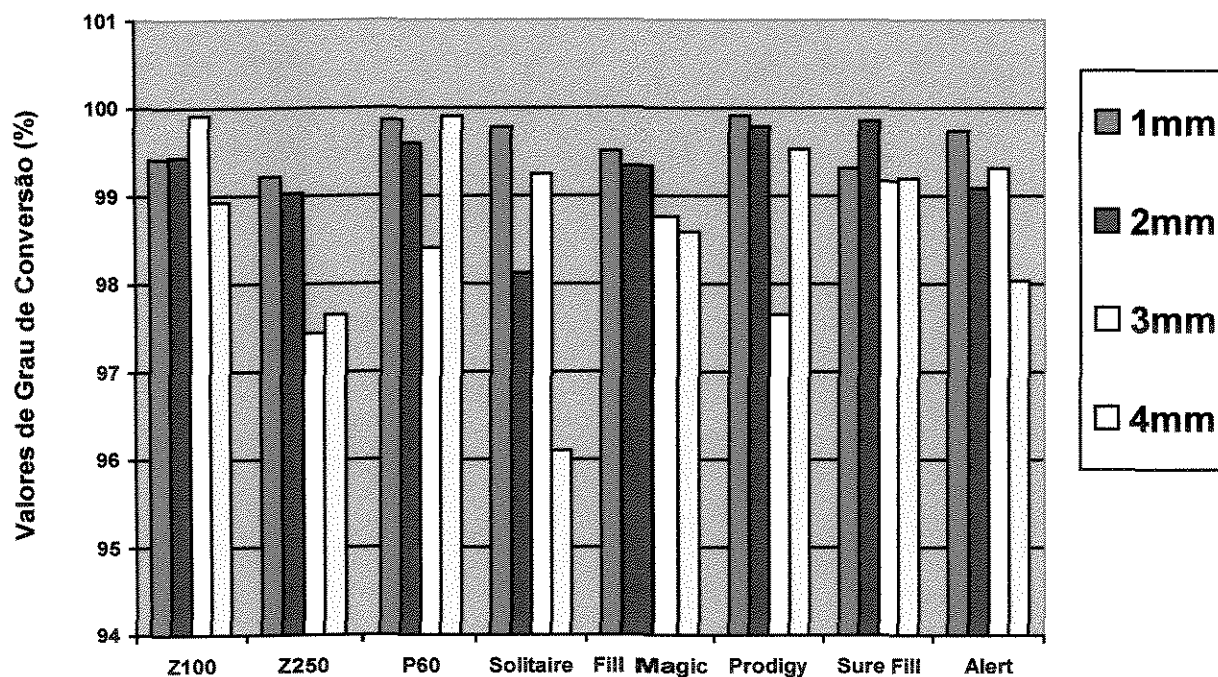


Figura 9- Ilustração gráfica dos valores de grau de conversão dos materiais utilizados neste estudo. No eixo X estão listados as marcas comerciais. No eixo Y os valores de grau de conversão em porcentagem

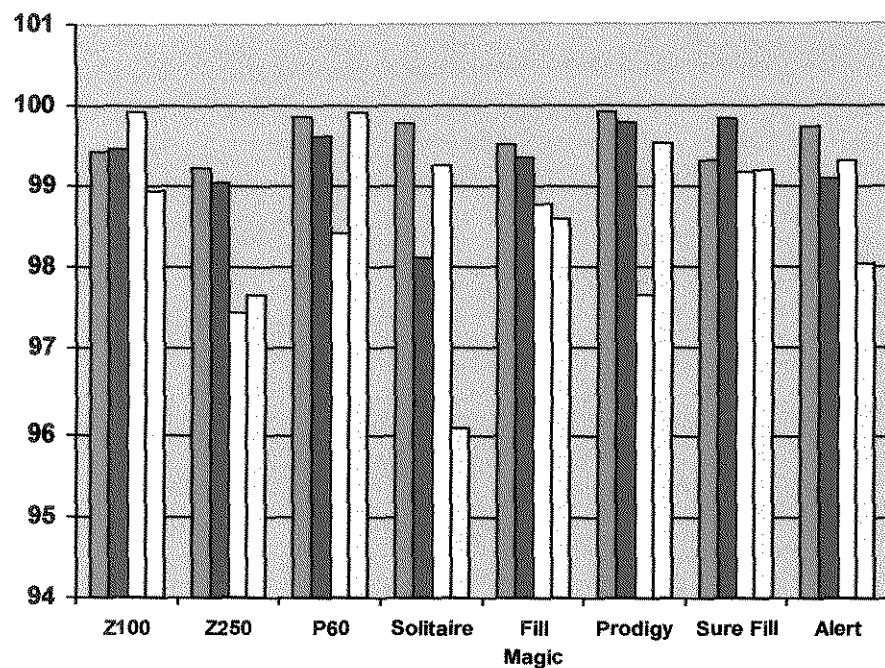
Os valores de Dureza Knoop e Grau de Conversão (Tabela 6 e Figura 10) mostraram proporcionalidade entre os materiais Alert, Z100 e Sure Fill. Nos demais, os valores de dureza foram inferiores quando comparados aos de grau de conversão.

Independente do material os valores de dureza foram reduzidos em relação à espessura do material. Entretanto o grau de conversão manteve-se estável no intervalo que compreende 96,10% e 99,92%.

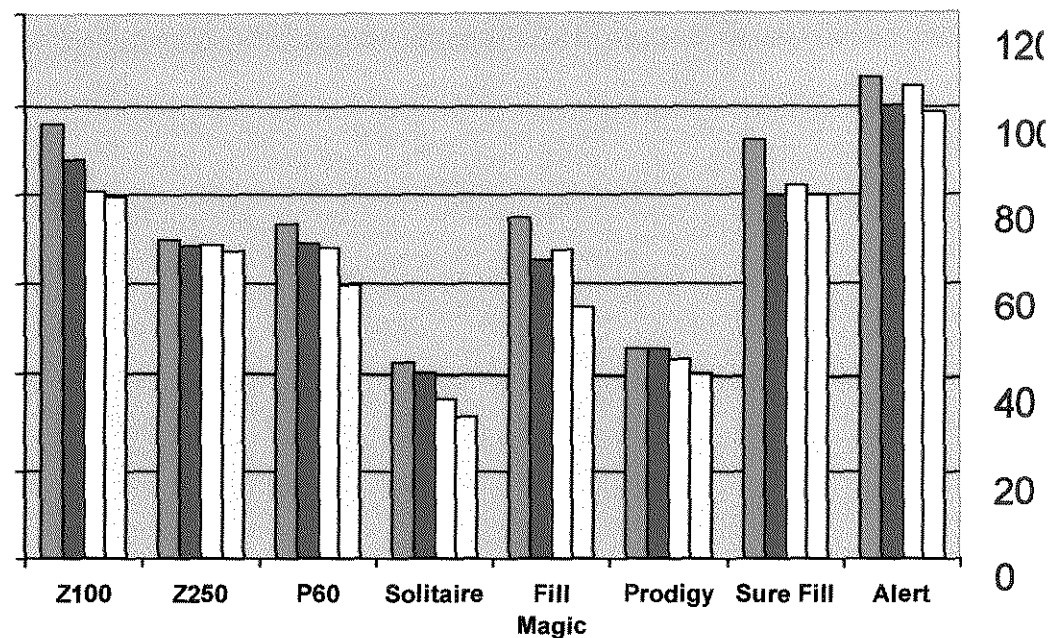
TABELA 6

Listagem dos valores de Dureza Knoop e Grau de Conversão obtidos para os materiais utilizados neste estudo.

		Profundidade			
		1mm	2mm	3mm	4mm
Alert	Dureza	106,44	100,26	104,53	98,78
	% C=C	99,74	99,09	99,31	98,04
P60	Dureza	73,20	68,99	59,67	59,65
	% C=C	99,86	99,6	98,41	99,91
Z250	Dureza	69,73	68,85	68,52	65,57
	% C=C	99,22	99,03	97,44	97,65
Solitaire	Dureza	42,25	38,48	35,61	30,20
	% C=C	99,78	98,12	99,25	96,10
Z100	Dureza	98,21	87,78	82,03	79,45
	% C=C	99,42	99,44	99,92	98,93
Prodigy	Dureza	45,09	45,15	42,82	40,52
	% C=C	99,92	99,79	97,65	99,53
Fill Magic	Dureza	74,59	65,24	67,30	54,55
	% C=C	99,51	99,35	98,77	98,59
Sure Fill	Dureza	92,35	79,86	81,87	79,83
	% C=C	99,31	99,85	99,17	99,20



A



B

■ 1mm ■ 2mm □ 3mm □ 4mm

Figura 10 : Ilustração gráfica dos valores obtidos neste estudo. Em A o Grau de Conversão em porcentagem dos materiais analisados nas diversas profundidades. Em B os valores de Dureza Knoop dos materiais analisados nas diversas profundidades

6. DISCUSSÃO

A longevidade clínica de uma restauração está relacionada com a manutenção da sua forma anatômica e com sua capacidade de selar e proteger o remanescente dentário. Esta capacidade está na dependência direta da resistência ao desgaste e à fratura apresentadas pelo material restaurador. Estes aspectos estão relacionados com o grau de conversão da matriz orgânica e com o volume de partículas inorgânicas contidos nas resinas compostas.

O ensaio pelo teste de dureza Knoop tem sido a forma indireta para quantificar o grau de conversão da resina composta polimerizada. Altos valores de dureza Knoop podem significar um alto grau de conversão ou polimerização da resina, de acordo com CHUNG & GREENER ⁷ (1990). Assim, este método de mensuração tem sido correlacionado com o grau de conversão determinado pela forma direta utilizando a Espectroscopia de Transmissão Infravermelha de Fourier.

Neste estudo, os materiais analisados mostraram valores de dureza Knoop com variação entre 30,20 a 106,0 kg.mm⁻¹ nas profundidades de 1 até 4mm de espessura sendo que os menores valores foram obtidos para os materiais Prodigy e Solitaire que não apresentaram diferença estatística entre si (Tabela 3). No caso destes materiais, o tipo de partícula praticamente determinou o comportamento mecânico. O material Solitaire possui partículas inorgânicas esponjosas que apresentam um alto volume aliado a uma baixa densidade, caracterizando um material pouco resistente à penetração, conforme mostrado na Tabela 3. Por outro lado, o material Prodigy, que apresenta um volume de 56 % de partículas de vidro de Bário, de acordo com o fabricante, também apresentou baixos valores de dureza Knoop. Este comportamento mecânico talvez também esteja relacionado com o tipo de partículas (vidro de bário) que são “macias” e com o tamanho médio (0,6µ) ou mesmo com os componentes orgânicos do material. Assim, quando em função clínica, estes materiais podem apresentar desgaste e perda de contorno anatômico, assim como fraturas marginais levando à micro-infiltração, com possível ocorrência de reicidiva de cárie e conseqüente falha da restauração.

Os maiores valores de dureza foram obtidos com o material Alert que foi estatisticamente superior em relação ao Z 250, Fill Magic, P 60, Prodigy e Solitaire. Esta superioridade se manteve até a espessura de 4 mm, comportamento explicado pela composição inorgânica contida no material. Provavelmente, a carga inorgânica, composta de vidro de bário-alumínio-silicato e fibras de carbono, com dimensões de 100µm comprimento por 10 -15 µm de diâmetro distribuída uniformemente na matriz orgânica, tenha se localizado densamente por unidade de área, possibilitando que a ponta ativa sempre atingisse essas partículas, com maior dureza do que a matriz orgânica

No caso dos materiais Z100, Z250 e P60 que pertencem ao mesmo fabricante, o tipo de partícula não foi modificado (zircônio/silica), entretanto o conteúdo volumétrico foi reduzido em 6% para o Z 250 e 5% para o P60, de um total de 66% originalmente contido no material Z 100. Dessa forma, os valores de dureza obtidos para a resina Z100 estão relacionados com seu maior volume de partículas (66% em volume), quando comparado às resinas Z250 e P60. Os materiais Z 100, Z 250 e P60 mantiveram o valor de dureza nas espessuras estudadas, sem diferença estatística quando mensurados de 1 a 4 mm de espessura. Este comportamento provavelmente se dá a despeito da alteração monomérica produzida nos materiais Z250 e P60. Enquanto, o Z100 utiliza na sua composição orgânica o BisGMA e TEGDMA, os outros dois materiais contêm BisEMA e UDMA que são moléculas com maior peso molecular e com melhor propriedade para a difusão da luz visível (MOZNNER & SALZ¹⁷,2001).

O material Fill Magic apresentou valores de dureza Knoop na mesma faixa daqueles obtidos para os materiais Z 250 e P60, sem apresentar diferença estatisticamente significativa nos diversos níveis de profundidade estudados. Esta semelhança demonstrou que a diferença na natureza das partículas inorgânicas não influenciou na dureza Knoop destas resinas, desde que o conteúdo volumétrico seja também semelhante.

Com as mesmas semelhanças em conteúdo volumétrico de partículas inorgânicas, mas também com natureza química diferente, o material Sure Fill não apresentou diferença estatística significativa quando comparado com o

material Z100 em todos os níveis de espessura e ao Alert a todos os níveis de espessura.

Este estudo também levou em consideração a profundidade de polimerização como indicador do sucesso clínico de um material resinoso restaurador. Teoricamente, a polimerização de resinas a várias profundidades é considerada adequada se o valor de dureza Knoop é, pelo menos, 80% daquele encontrado na superfície do material (CRAIG ⁵,1993). Esta diminuição no valor de dureza, de forma concomitante com o aumento da profundidade, na maioria das vezes, é provocada pela atenuação da intensidade inicial da luz visível em função da distância entre a fonte de luz e a resina a ser polimerizada (ELIADES et al. ⁹, 1987 e RUEGGERBERG et²³ al.,2000) e pela dispersão da luz visível utilizada para ativar a reação de polimerização (FERRACANE ¹⁰,2000)

Comparando-se os valores de dureza dos materiais analisados em relação à profundidade de polimerização, todos os materiais estudados mantiveram os valores entre os diversos níveis de espessura avaliados(1 - 4mm), não sendo considerados estatisticamente diferentes nessas espessuras. Este comportamento está relacionado com o grau de polimerização, que se encontra na dependência da composição da matriz orgânica e inorgânica destas resinas. O material Z 100 utiliza como base na matriz orgânica os monômeros Bis-GMA e TEGDMA, enquanto que o material Fill Magic utiliza BisGMA e BisEMA e o Sure Fill Bis-GMA e UDMA modificado. Assim, mesmo nos casos onde o monômero (BisEMA ou UDMA) apresenta-se com melhor qualidade na difusão da luz (RUYTER & OYSAED²⁵,1982), o tamanho e o tipo de partículas, maiores e diferentes em relação ao Z100, produziram o equilíbrio nos valores de dureza pela influência exercida pelas partículas na passagem da luz visível no processo de polimerização, confirmando assim, estudos prévios de CHUNG & GREENER ⁷ (1990).

Na avaliação das resinas levando em consideração a profundidade, os materiais Solitaire e Fill Magic apresentaram valores percentuais de dureza Knoop com uma relação abaixo de 80% quando comparado com o valor obtido a 1 mm de espessura. Dentro desta relação, estes dois materiais apresentam-se com um

nível de polimerização inadequado que reflete diretamente nas propriedades mecânicas do material. Os demais materiais estudados mantiveram-se dentro do valor mínimo estabelecido por CRAIG ³ (Tabela 3).

Este comportamento distoante entre os materiais analisados neste estudo, ocorreu, principalmente, em função da composição monomérica das resinas. Como fator determinante na propriedade mecânica, o grau de conversão das resinas compostas depende da natureza dos monômeros. Assim, os mais flexíveis produzem um aumento no grau de conversão por permitirem maior movimentação das moléculas durante o processo de reação química (RUYTER & SVENDSEN, ²⁷ 1978; FERRACANE & GREENER, ¹² 1984; RUYTER & OYSAED ²⁶1987). A adição do TEGDMA ao BisGMA diminui a viscosidade da resina e viabiliza a movimentação das moléculas que, dessa forma, produzem maior número de ligações cruzadas, aumentando assim, o grau de conversão dos monômeros e melhorando a resistência mecânica do material (ASMUSSEN, ³ 1982 e LOVELL et al.¹⁶ 2001). No caso dos materiais Z 250 e P60, o BisGMA foi substituído pelo BisEMA e o TEGDMA pelo UEDMA. Esta modificação nos monômeros reduziu a contração de polimerização dos dois materiais mesmo havendo uma redução de 5 ou 6% no volume de carga, sem haver perda nas propriedades físicas. O alto peso molecular das moléculas de BisEMA e UEDMA e sua qualidade na difusão da luz propiciaram estas características. Dentro desta linha de pensamento, a explicação para os menores valores de dureza encontrados para os materiais Solitaire e Fill Magic talvez seja a ausência do TEGDMA e UEDMA na sua composição. Mesmo assim, deve-se considerar também as concentrações dos referidos monômeros para explicar em parte o grau de conversão.

DEWALD & FERRACANE ⁸ (1987) mostraram que existe correlação entre os valores de dureza Knoop (método indireto) e o percentual de grau de conversão obtidos através da espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier. Entretanto, Asmussen e Peutzfeldt⁴ (1998) assim como FERRACANE ¹¹ (1985) afirmaram que o grau de conversão não está necessariamente correlacionado de maneira proporcional com todos os tipos de propriedades mecânicas, tais como dureza e módulo de elasticidade. Neste estudo, valores

maiores de Dureza Knoop corresponderam proporcionalmente aos valores percentuais de Grau de Conversão do monômero, exceto para os materiais Solitaire e Prodigy (Tabela 5). A razão para esta diferença pode ser creditada à ausência dos monômeros TEGDMA e UEDMA na composição orgânica dos materiais. A alta flexibilidade destes monômeros propicia maior número de ligações cruzadas e conseqüentemente, maior grau de conversão (ELIADES et al.⁹ 1987).

A análise por espectroscopia de transmissão infravermelha de Fourier tem mostrado uma variação entre 50 a 80% no grau de conversão de resinas compostas híbridas (média viscosidade) baseadas no BisGMA (RUYTER & GYOROSI,²⁴ 1976, RUYTER & SVENDSEN,²⁷ 1977 e ASMUSSEN,³ 1982). Para resinas compostas de alta viscosidade ("condensáveis"), estes valores são mais elevados, alcançando percentuais entre 95 -100% de grau de conversão (FERRACANE,¹⁰ 2000).

O presente estudo confirma os dados da literatura no que diz respeito aos valores percentuais de grau de conversão de resinas compostas de alta viscosidade, que variaram entre 96,10% a 106,44%. No entanto, observou-se uma ligeira diminuição destes valores para todos os materiais analisados conforme a aumentou-se a espessura da resina até 4mm. Além disso, houve uma proporcionalidade neste decréscimo de valores de grau de conversão concomitantemente com a redução nos valores de dureza. (Tabela 6)

Entretanto, para os grupos Solitaire e Prodigy, a proporcionalidade entre os valores de grau de conversão e de dureza Knoop não ocorreu nas diversas espessuras. Este fato é indicativo de que um material com alto grau de polimerização nem sempre apresenta um comportamento mecânico adequado no meio bucal. Provavelmente estes materiais apresentam uma matriz orgânica conveniente com sua indicação, mas com tipo e conteúdo de partícula inadequado no que diz respeito às suas propriedades mecânicas, em especial resistência à abrasão e módulo de elasticidade.

Geralmente, as falhas mecânicas, principalmente a abrasão, estão associadas às rupturas entre a matriz resinosa e as partículas. A ocorrência de

uma abrasão seletiva da matriz resinosa causa a exposição da partícula que, quando mecanicamente tensionada, é facilmente desalojada em consequência da ruptura com a matriz resinosa (KAWAI et al. ¹⁴,1998). Esta ruptura pode ser advinda da hidrólise da interface matriz resinosa/partículas de carga, fenômeno que só é pertinente à resina com baixo grau de conversão. Portanto, um material com polimerização quase completa, provavelmente oferecerá maior resistência a este tipo de degradação química e qualificando o comportamento mecânico adequado, conforme afirmaram SHAJII & SANTERRE²⁸ (1999) e PRATI ²⁰(2000)

Mesmo com a utilização de monômeros de maior peso molecular como no caso das resinas Z 250, P 60, Alert, Fill Magic, Sure Fill associado a maior proporção de partículas menores dentro da distribuição logarítmica que varia entre 0,01 até 3,5µm não produziram alterações significantes no grau de conversão destas resinas quando comparadas ao material Z 100 que utiliza os monômeros tradicionais Bis-GMA e TEGDMA, conforme está mostrado na Tabela 6. Na realidade o ganho maior ficou relacionado com a facilidade de manuseio do material, menor contração de polimerização e menor tempo usado para a polimerização. No caso específico do tempo de polimerização, este estudo evidenciou que estas resinas com alterações monoméricas não mostram diferenças significativas nos valores de dureza Knoop e no grau de conversão quando foram ativadas pela luz visível com 1 ou 4 mm de espessura, usando os mesmos 40 segundos de ativação. Isto significa que ao usar as camadas de 2mm de espessura, conforme a literatura recomenda nos procedimentos restauradores, o tempo pode ser reduzido para 20 segundos de ativação, resultando assim, num ganho de tempo expressivo.(RUEGGERBERG²³ et al.,2000)

Além disso, os materiais denominados condensáveis não apresentaram diferenças significativas quando comparados às resinas tradicionais (Z 100) em relação aos valores de dureza Knoop. Isto também demonstrou que as diferenças entre as propriedades mecânicas destes materiais praticamente são insignificantes. FERRACANE ¹⁰ (2000), também relatou o mesmo fato quando comparou os valores de resistência à fratura, tenacidade, resistência ao desgaste ou redução na contração de polimerização.

Outro aspecto a ser considerado é a biocompatibilidade do material restaurador inserido na cavidade oral, fator relacionado à natureza dos monômeros utilizados na composição da resina (YAP et al. ³¹ 2000). A composição monomérica incide diretamente no grau de conversão das resinas compostas, no seu potencial citotóxico e na qualidade da restauração (SHAJII & SANTERRE, ²⁸ 1999). Neste estudo, o alto percentual no grau de conversão mostrou que o grau de polimerização foi quase que completo para todos os materiais estudados, mesmo a 4mm de profundidade. De certa forma, comprova a qualidade da composição monomérica das atuais resinas compostas no processo de reação química após a ativação pela luz visível.

De maneira geral, uma resina composta adequada deveria preencher requisitos tais como um alto percentual de conversão monomérica aliada a valores elevados de dureza Knoop. Esta eficiência na polimerização deve resultar em um material com propriedades físicas otimizadas para uso clínico, principalmente em relação à resistência ao desgaste e à fratura e módulo de elasticidade para preservar a integridade da restauração. Neste sentido, o prognóstico de uma restauração com propriedades adequadas recaiu para os materiais Alert, P60, Z250, Z100, Fill Magic e Sure Fill, embora outros fatores precisem ser avaliados. Além disso, a diferença na natureza química entre os componentes da resina composta reforçou, neste estudo, a premissa de que o comportamento de um material só pode ser determinado pela associação de vários ensaios físicos e mecânicos que sejam capazes de traçar um perfil sobre o material para considerá-lo indicado para uso clínico.

7. CONCLUSÕES:

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, pode-se concluir que:

- Quando comparados entre si os materiais estudados apresentaram valores médios de dureza Knoop com diferenças estatísticas em nível de 5% de probabilidade. Em relação à profundidade, o material Alert apresentou-se com superioridade estatística diferente em relação a todos os materiais, com exceção de Z100, e Sure Fill a 1mm de espessura. Os materiais Z100, Sure Fill e Alert tiveram diferença estatística quando comparado com os materiais Z250, P60 e Fill Magic, Solitaire e Prodigy, a 2mm de espessura. Além disso, os valores de dureza Knoop dos materiais Z250, P60 e Fill Magic apresentaram-se diferentes estatisticamente em relação aos materiais Solitaire e Prodigy. Com 3 mm de espessura, os valores obtidos para o materiais Alert, Sure Fil e Z 100 apresentaram superioridade estatística em relação aos demais materiais. Este padrão se repetiu a 4mm sendo que em ambos os casos, a 3 e 4mm, os materiais Fill Magic, P60 e Z250 apresentaram superioridade estatística em relação ao Prodigy e ao Solitaire.
- Os valores de dureza Knoop se mantiveram sem diferença estatística significativa a níveis considerados adequados para todos os materiais a todas as espessuras estudadas.
- Os valores de dureza Knoop corresponderam proporcionalmente em relação ao percentual de grau de polimerização obtidos por análise química para todos os compósitos estudados, exceto para as resinas compostas Prodigy e Solitaire.
- Houve uma manutenção em profundidade dos valores percentuais de Grau de Conversão para todos os materiais estudados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Council on Scientific Affairs. Council on Dental Benefit Program. Statement on posterior resin-based composites. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.129, p.1627-1628, 1998.
2. ASMUSSEN, E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. **Scand J Dent Res**, Copenhagen, v.90, p.490-496, Apr. 1982.
3. ASMUSSEN, E. Restorative resins: hardness and strength vs. Quantity of remaining double bonds. **Scand J Dent Res**, Copenhagen, v.90, p.484-489, Apr. 1982.
4. ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resina composites. **Dent Mater**, Oxford, v.14, n.1, p.51-56, Jan. 1998.
5. CRAIG, R.G. **Restorative dental materials**. 9th ed. Mosby: Saint Louis, 1993. p.581.
6. CHUNG, K.; GREENER, E.H. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.17, n.5, p.487-494, Aug. 1990.
7. CHUNG, K.; GREENER, E.H. Degree of conversion of seven visible light-cured posterior composites. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.15, n.16, p.555-560, Oct. 1988.
8. DeWALD, J.P.; FERRACANE, J.L. Comparison of four modes of evaluation depth of cure of light-activated composites. **J Dent Res**, Washington, v.66, n.3, p.727-730, Mar. 1987.

* Baseada na NBR-6023 de ago. de 2000, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Abreviatura dos títulos dos periódicos em conformidade com o MEDLINE.

9. ELIADES, G.C. *et al.* Degree of double bond conversion in light-cured composites. **Dent Mater**, Oxford, v.3, n.1, p.19-25, Feb. 1987.
10. FERRACANE, J.L. Ten years'experience as basis for development of new posterior materials. *In*: TAGAMI, J.; TOLEDANO, M.; PRATI, C. (Ed.) **Advanced adhesive dentistry: 3rd International Kuraray Symposium**, Granada, 3-4 december 1999. Cirimido: Grafiche Erredue, 2000. p.3-29.
11. FERRACANE, J.L. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. **Dent Mater**, Oxford, v.1, n.1, p.11-14, Feb. 1985.
12. FERRACANE, J.L.; GREENER, E.H. Fourier transform infrared Analysis of degree of polymerization in unfilled resins – Methods comparison. **J Dent Res**, Washington, v.63, n.8, p.1093-1095, Aug. 1984.
13. GUERRA, R.M. *et al.* FTIR monomer conversion analysis of UDMA-based dental resins. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.23, n.9, p.632-637, Sept. 1996.
14. KAWAI, K. *et al.* Effect of resin monomer composition on toothbrush wear resistance. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.25, n.4, p.264-268, Apr.1998.
15. LEINFELDER, K.F. New developments in resin restorative systems. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.128, n.5, p.573-581, May 1997.
16. LOVELL, L.G. *et al.* The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. **Dent Mat**, Oxford, v.17, n.6, p.504-511, Nov. 2001.
17. MOSZNER, N.; SALZ, U. New developments of polymeric dental composites. **Prog Polym Sci**, Pittsburgh, v.4, p.535-576, 2001.
18. PARK, S.H.; LEE, C.S. The difference in degree of conversion between light-cured and additional heat-cured composites. **Oper Dent**, Seattle, v.21, p.213-217, Oct. 1996.

19. PEUTZFELDT, A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **Eur J Oral Sci**, Copenhagen, v.105, n.2, p.97-116, Apr. 1997.
20. PRATI, C. Ten years'experience as basis for development of new posterior materials. *In*: TAGAMI, J.; TOLEDANO, M.; PRATI, C. (Ed.) **Advanced adhesive dentistry: 3rd International Kuraray Symposium**, Granada, 3-4 december 1999. Cirimido: Grafiche Erredue, 2000. p.267-285.
21. RUEGGEBERG, F.A.; CRAIG, R.G. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. **J Dent Res**, Washington, v.67, n.6, p.932-937, June 1988.
22. RUEGGEBERG, F.A. *et al.* Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. **Dent Mater**, Oxford, v.6, n.4, p.241-249, Oct. 1990.
23. RUEGGEBERG, F.A. *et al.* Polymerization depths of contemporary light-curing units using microhardness. **J Esthet Dent**, Hamilton, v.2, n.6, p.340-349, 2000.
24. RUYTER, I.E.; GYÖRÖSI, P.P. An infrared spectroscopic study of sealants. **Scand J Dent Res**, Copenhagen, v.84, n.6, p.396-400, Nov. 1976.
25. RUYTER, I.E.; OYSAED, H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. **Acta Odontol Scand**, Oslo, v.40, n.3, p.179-192, June 1982.
26. RUYTER, I.E.; OYSAED, H. Composites for use in posterior teeth: composition and conversion. **J Biomed Mater Res**, New York, v.21, n.1, p.11-23, Jan. 1987.
27. RUYTER, J.E.; SVENDSEN, S.A. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. **Acta Odontol Scand**, Oslo, v.36, n.2, p.75-82, Sept. 1978.

28. SHAJII, L.; SANTENE, J.P. Effect of filler content on the profile of released biodegradation products in micro-filled bis-GMA/TEGDMA dental composite resin. **Biomaterials**, Oxford, v.20, n.20, p.1897-1908, June 1999.
29. STANSBURY, J.W.; DICKENS, S.H. Determination of double bond conversion in dental resins by new infrared spectroscopy. **Dent Mater**, Oxford, v.17, n.1, p.71-79, Jan. 2001.
30. VARGAS, M.A. *et al.* Polymerization of composite resins: argon laser vs conventional light. **Oper Dent**, Seattle, v.23, n.2, p.87-93, Mar./Apr. 1998.
31. YAP, A.U. *et al.* Release of methacrylic acid from dental composites. **Dent Mater**, Oxford, v.16, p.172-179, June 2000.

ANEXO

TABELA 7:Dados originais de dureza Knoop para o material Z100

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
Z100	1	A	82,6	82,6	74,2	72,3
		B	80,9	67,3	63,9	58,6
		C	72,8	69,5	64,7	67,4
		D	98,4	92,5	79	70,7
	2	A	78,3	64,2	30,7	45,9
		B	84,4	66,2	60,4	60,3
		C	79,4	72,1	59,6	56,4
		D	94,3	77,1	92,5	81,9
	3	A	96,8	71,9	78	65,8
		B	101	100	91,3	75,1
		C	116	102	96,2	108
		D	132	109	101	102
	4	A	113	103	82,9	83,6
		B	109	93,4	105	84,4
		C	103	91,6	97,5	92,2
		D	93,7	121	106	118
	5	A	118	95,5	83,6	71,1
		B	98,8	101	86	82,9
		C	107	85,5	88,4	92,8
		D	105	90,4	99,8	99,8

TABELA 8:Dados originais de dureza Knoop para o material Alert

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
ALERT	1	A	107	87,9	75,1	97,8
		B	99,4	100	83,4	115
		C	109	88,2	169	130
		D	138	112	108	83,9
	2	A	115	100	91,6	89,6
		B	127	112	134	106
		C	97,1	115	101	89,3
		D	102	77,1	89,6	98,8
	3	A	101	109	82,4	99,1
		B	102	86,3	118	108
		C	89,9	86,5	117	94,9
		D	109	101	88,4	88,7
	4	A	107	93,4	109	100
		B	98,4	103	104	85,5
		C	94,6	98,1	111	95,9
		D	98,4	99,4	95,9	108
	5	A	116	105	103	83,4
		B	123	105	109	90,7
		C	98,4	128	107	115
		D	96,8	98,4	94,3	96,2

TABELA 9: Dados originais de dureza Knoop para o material P60

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
P60	1	A	87,6	72,8	72,3	61,2
		B	78,7	79,7	79	72,8
		C	81,9	85,5	78,7	76,7
		D	79	84,7	74,9	67,1
	2	A	80,6	81,1	70,9	78,7
		B	75,8	75,1	64,7	64,4
		C	67,3	64	54,6	55,1
		D	62,7	62	55,5	45,5
	3	A	81,4	73,4	35,1	34,8
		B	59,2	45,8	48,2	43,5
		C	59,5	50,7	53,4	47
		D	69,1	57,4	59	53,9
	4	A	58,4	55	56,8	49,1
		B	62,2	69,5	66,9	59
		C	67,1	66,3	58,4	50,7
		D	75,1	73,4	78	72,5
	5	A	63,4	54,7	59,5	51,8
		B	72,3	69,1	74,9	72,5
		C	92,8	80,1	78,5	73,4
		D	89,9	76,7	67,8	63,4

TABELA 10: Dados originais de dureza Knoop para o material Z250

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
Z250	1	A	76,7	88,2	97,8	89,9
		B	75,1	71,7	62,9	69,3
		C	66,3	62,2	52,3	54,7
		D	50,7	45	40,8	55
	2	A	68,6	84,9	73,8	69,3
		B	82,9	78,7	69,1	62,2
		C	81,4	75,1	77,6	72,5
		D	86	84,4	83,6	77,8
	3	A	94	80,4	78,7	79,4
		B	86	86,8	83,4	79,7
		C	77,1	80,4	83,9	81,6
		D	82,4	92,2	96,2	76,2
	4	A	71,1	77,3	57,2	68,8
		B	74,7	84,4	88,7	70,1
		C	73,8	69,7	75,3	76,2
		D	74,9	69,5	71,9	76,4
	5	A	35,7	29,5	24,4	23,4
		B	34,6	36,5	42,3	31,8
		C	50,2	33,7	49,5	66,3
		D	52,5	46,6	61,1	60,9

TABELA 11 Dados originais de dureza Knoop para o material Solitaire

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
SOLIT.	1	A	28,1	28,8	19	21,4
		B	44,1	43,7	36,1	28,2
		C	48,4	44,1	40,2	31,3
		D	43,6	42,8	36,5	30,3
	2	A	44,8	40	40	38
		B	44	45	43,9	38,7
		C	52	43,7	34,3	42,5
		D	44,8	40,6	41,5	24,9
	3	A	38,6	35,2	33,2	24,4
		B	45,8	38,7	33,7	30,3
		C	44,2	45,8	41	34,6
		D	42,9	35	31,4	27,5
	4	A	46,4	41,3	40	31,4
		B	36,7	47,9	36,5	32,5
		C	44	38,4	42,4	36,7
		D	40,6	40,1	34,5	23,4
	5	A	35,5	46	38,8	33,2
		B	43,7	43,7	34,5	25,9
		C	43,3	38,1	30,3	29,1
		D	33,6	25,9	24,5	19,8

TABELA 12: Dados originais de dureza Knoop para o material Prodigy

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
PRODI	1	A	43,4	56,1	46,4	61,4
		B	67,4	65,3	55,3	57,1
		C	55,8	52,6	53,1	52,2
		D	51,5	56,9	51	39
	2	A	59,8	53,5	42,8	44,9
		B	48,8	46,6	53,6	54,3
		C	51,1	62,5	55,3	39,3
		D	62,4	48,4	56,1	58,4
	3	A	58,6	58,3	60,4	57,4
		B	44,7	66,3	60,6	58,6
		C	49,2	59,9	58,7	58
		D	50,7	56,2	44,1	56,2
	4	A	55,8	50,6	41,9	39,3
		B	54	46,1	50,5	51,8
		C	50,5	54,7	49,8	41,1
		D	53,2	52,7	56,4	45,8
	5	A	34,8	41	31,3	30,3
		B	39	43,7	33,7	32,8
		C	44,5	38,5	39,6	37,4
		D	53,5	38,3	44,4	37,8

TABELA 13: Dados originais de dureza Knoop para o material Surefill

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
S.FILL	1	A	77,1	84,7	83,6	60,7
		B	94,9	83,4	78	85,7
		C	81,9	76,7	84,9	77,1
		D	91,3	77,1	68,8	61,7
	2	A	90,1	85,7	105	92,5
		B	107	69,3	64,9	80,4
		C	60,1	101	72,5	64,7
		D	97,8	105	60,4	69,3
	3	A	103	101	139	104
		B	104	97,5	102	92,5
		C	101	110	95,2	115
		D	76,7	86,4	82,6	91
	4	A	65,8	60,9	61,4	59,8
		B	83,4	84,4	79,9	58,9
		C	89	84,9	61,1	66
		D	149	81,6	91,3	75,5
	5	A	85,5	67,8	67,6	99,8
		B	80,9	77,8	71,5	79,7
		C	73,6	81,6	69,3	77,6
		D	135	91,3	98,4	84,7

TABELA 14: Dados originais de dureza Knoop para o material Fill Magic

Material			1mm	2mm	3mm	4mm
FILL MAG	1	A	91,9	150	111	66,5
		B	64,6	69,1	114	65,6
		C	54,4	47,9	45,5	49,9
		D	63,2	34,9	32,5	45,5
	2	A	93,4	83,6	64,6	57,5
		B	70,1	66,7	57,7	54,3
		C	50,2	43,1	54,3	45,3
		D	72,1	56,1	45,4	41,1
	3	A	65,8	62,9	59,5	50,2
		B	50,8	40,5	58,9	58,3
		C	51,7	56,7	58,3	53,2
		D	62,2	49,9	35,2	52,6
	4	A	47,9	60,6	43,1	35,8
		B	73,2	68,8	61,2	64,7
		C	39,5	70,5	70,5	38,3
		D	80,6	76,7	64,4	52,9
	5	A	57,8	64,6	66,2	66,7
		B	32,8	65,8	64	55,4
		C	47,9	70,5	68,4	62,5
		D	80,6	66	67,1	74,7

TABELA 15:

Valores médios de dureza Knoop para o material Prodigy.

PRODIG Y				
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	22,8	19,92	19,32	16,75
2	55,5	54,25	51,95	49,22
3	50,8	60,17	55,95	57,55
4	53,3	51,02	49,65	44,5
5	42,95	40,37	37,25	34,58
	45,09	45,15	42,82	40,52

TABELA 16:

Valores médios de dureza Knoop para o material Sure Fill.

SURE FILL				
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	86,3	80,47	78,82	71,3
2	88,75	64,02	75,7	76,72
3	96,17	97,22	104,7	100,62
4	96,8	77,95	73,42	65,05
5	93,75	79,62	76,7	85,45
	92,35	79,86	81,87	79,83

TABELA 17:

Valores médios de dureza Knoop para o material Fill Magic.

FILL MAG				
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	68,52	75,47	75,75	56,87
2	71,45	62,37	55,5	49,55
3	57,62	52,47	52,97	53,57
4	60,3	69,15	85,87	47,92
5	54,77	66,72	66,42	64,82
	74,59	65,24	67,3	54,55

TABELA 18:

Valores médios de dureza Knoop para o material Z100.

	Z100			
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	83,67	77,97	70,45	67,25
2	84,1	69,9	60,8	61,12
3	99,95	95,72	91,62	87,72
4	104,67	102,25	91,85	94,55
5	107,2	93,1	89,45	86,65
	95,92	87,78	80,83	79,46

TABELA 19:

Valores médios de dureza Knoop para o material Alert.

	ALERT			
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	113,37	91,02	108,87	106,67
2	110,27	101,02	104,05	95,925
3	100,47	95,7	101,45	97,6
4	99,6	98,47	104,97	97,35
5	108,55	109,1	103,32	96,32
	106,45	100,24	104,53	98,77

TABELA 20:

Valores médios de dureza Knoop para o material P60

	P60			
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	81,8	80,67	93,95	69,45
2	71,6	70,72	61,42	60,92
3	67,3	56,82	48,92	44,8
4	65,7	66,05	65,02	57,82
5	79,6	70,15	70,17	65,27
	73,2	68,88	67,89	59,65

TABELA 21:

Valores médios de dureza Knoop para o material Z250.

Z250				
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	67,2	66,77	63,45	67,22
2	79,72	80,77	76,02	70,45
3	84,87	84,95	85,55	79,22
4	73,62	75,22	73,27	72,87
5	43,25	36,57	44,32	45,6
	69,73	68,45	68,53	67,07

TABELA 22:

Valores médios de dureza Knoop para o material Solitaire.

SOLITAIRE				
	1mm	2mm	3mm	4mm
1	41,05	39,85	32,95	29,72
2	46,4	42,32	39,92	36,02
3	42,87	38,67	34,82	29,2
4	41,92	41,92	38,35	31
5	39,02	38,42	32,02	33,75
	42,25	40,23	35,61	31,94

TABELA 23:

Teste de Tukey para as medidas dos materiais.

Coeficiente de Variação: 9.410 %

Nome	Num. Repet.	Médias	5%	1%
Alert	20	102,56999	a	A
Z100	20	86,874498	b	AB
Surefill	20	83,476498	b	B
Z250	20	68,170001	c	C
P60	20	65,381000	c	C
Fill Magic	20	62,403998	d	D
Prodigy	20	43,405000	d	D
Solitaire	20	36,38499	d	D

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado. DMS 5%=11.23170 – DMS 1%= 13.17965.

TABELA 24:

Teste de Tukey para as medidas de material dentro de 1mm do fator profundidade.

Nome	Num.Rep	Médias	5%	1%	dp
	et				
Alert	5	106,44799	a	A	2,732166
Z100	5	98,217993	ab	AB	5,951267
Surefill	5	92,354004	abc	ABC	2,072646
P60	5	73,202002	bcd	BC	3,227928
Z250	5	69,732001	cd	BCD	7,251700
Fill Magic	5	62,531995	de	CDE	11,441263
Prodigy	5	45,070001	e	DE	5,957339
Solitaire	5	42,251999	e	E	1,216321

TABELA 25:

Teste de Tukey para as medidas de material dentro de 2mm do fator profundidade.

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%	dp
Alert	5	100,262000	a	A	2,739268
Z100	5	87,788000	ab	AB	5,986053
Surefill	5	79,855994	ab	AB	5,274243
P60	5	68,998004	b	ABC	3,828224
Z250	5	68,853998	b	BC	8,627987
Fill Magic	5	65,235999	bc	BC	3,830413
Prodigy	5	45,145999	cd	CD	7,079083
Solitaire	5	38,485999	d	D	2,255362

TABELA 26:

Teste de Tukey para as medidas de material dentro de 3mm do fator profundidade.

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%	dp
Alert	5	104,531995	a	A	1,229031
Z100	5	82,033997	ab	AB	7,007516
Surefill	5	81,867993	ab	ABC	5,773700
Z250	5	68,522003	b	B	7,000636
Fill Magic	5	67,302002	b	BC	6,170943
P60	5	59,671997	bc	BCD	5,899227
Prodigy	5	42,884000	cd	CD	6,670252
Solitaire	5	35,612000	d	D	1,527602

TABELA 27:

Teste de Tukey para as medidas de material dentro de 4mm do fator profundidade.

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%	dp
Alert	5	98,786005	a	A	1,997003
Surefill	5	79,828003	ab	AB	6,183404
Z100	5	79,458002	ab	AB	6,453960
Z250	5	65,572003	bc	B	7,144054
P60	5	59,651996	bcd	BC	4,201836
Fill Magic	5	54,545996	cd	BC	3,006430
Prodigy	5	40,520001	de	CD	7,006596
Solitaire	5	30,204001	e	D	1,604872

TABELA 28:

Teste de Tukey para médias de profundidade

Nome	Num. Repet.	Médias	5%	1%
1mm	40	73,725999	a	A
2mm	40	69,328249	ab	AB
3mm	40	61,803248	ab	AB
4mm	40	63,570751	b	B

Médias seguidas por letras diferem entre si ao nível de significância indicado DMS

5%=6.72145 – DMS1%=8.19298

TABELA 29:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de Z100 do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	98,217993	a	A
2mm	40	87,788000	a	A
3mm	40	82,033997	a	A
4mm	40	79,458002	a	A

TABELA 30:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de Alert do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	106,447998	a	A
2mm	40	104,531995	a	A
3mm	40	100,262000	a	A
4mm	40	98,786005	a	A

TABELA 31:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de P60 do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	73,202002	a	A
2mm	40	68,998004	a	A
3mm	40	59,671997	a	A
4mm	40	59,651996	a	A

TABELA 32:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de Z250 do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	69,732001	a	A
2mm	40	68,853998	a	A
3mm	40	68,522003	a	A
4mm	40	65,572003	a	A

TABELA 33:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de Solitaire do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	42,521999	a	A
2mm	40	38,485999	a	A
3mm	40	35,612000	a	A
4mm	40	30,204001	a	A

TABELA 34:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de Prodigy do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	45,145999	a	A
2mm	40	45,070001	a	A
3mm	40	42,884000	a	A
4mm	40	40,520001	a	A

TABELA 35:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de Surefill do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	92,954004	a	A
2mm	40	81,867993	a	A
3mm	40	79,855994	a	A
4mm	40	79,828003	a	A

TABELA 36:

Teste de Tukey para médias de profundidade dentro de Fillmagic do fator material

Nome	Num. Repet	Médias	5%	1%
1mm	40	67,302002	a	A
2mm	40	65,235999	a	A
3mm	40	62,531995	a	A
4mm	40	54,545996	a	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado DMS 5%=19.01114 – DMS 1%=23.17324

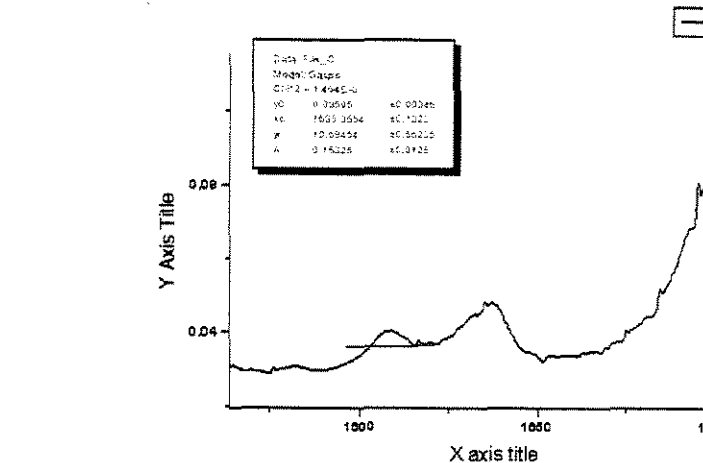


Figura 11- Espectro referente ao material Alert não polimerizado

Figura 12- Espectro referente ao material Z250 não polime

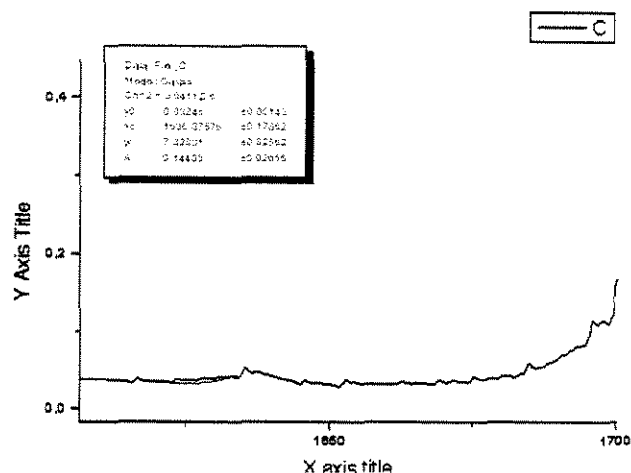
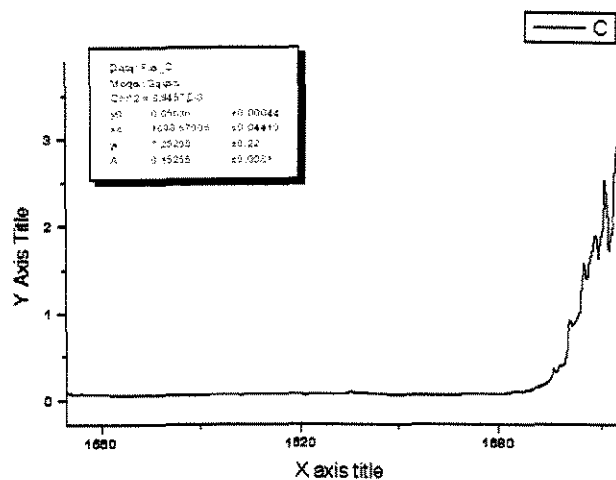


Figura 13- Espectro referente ao material F Magic não polimerizado

Figura 14- Espectro referente ao material P60 não polime

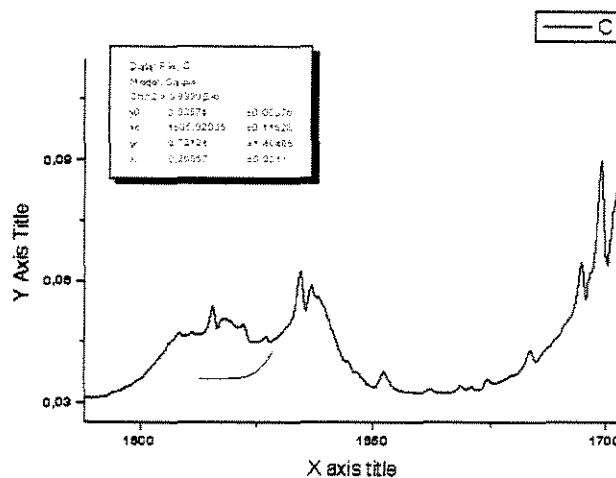
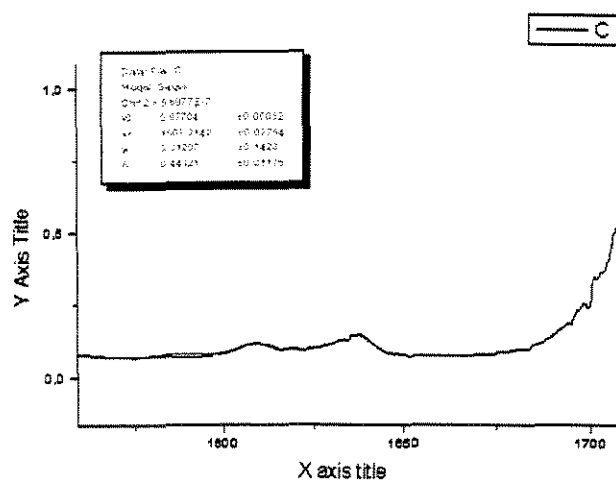


Figura 15- Espectro referente ao material Prodigy não polimerizado

Figura 16- Espectro referente ao material Solitaire não pol

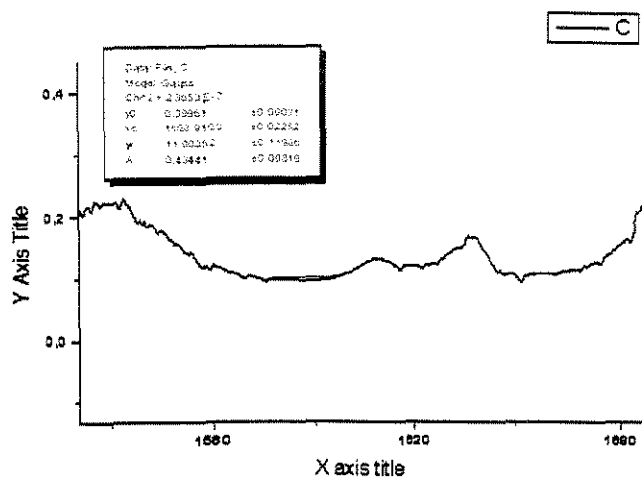


Figura 17- Espectro referente ao material SureFill não polimerizado.

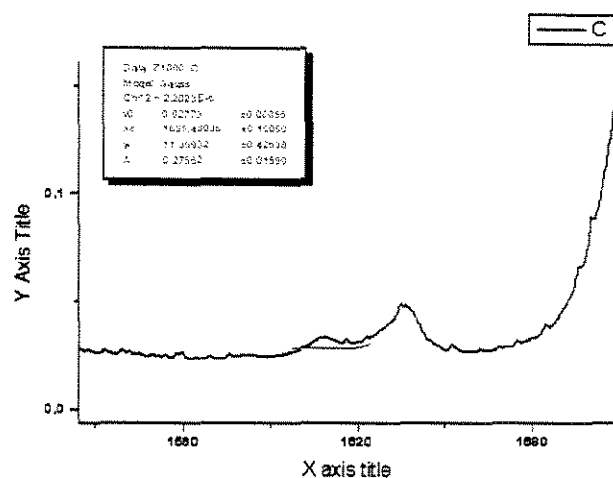


Figura 18- espectro referente ao material Z100 não polimerizado.

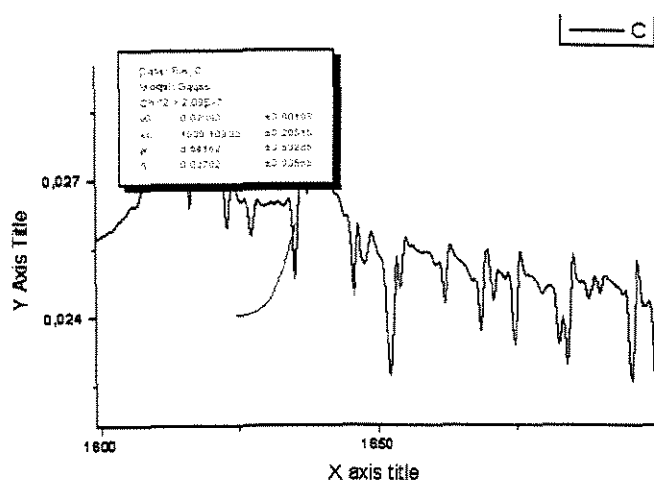


Figura 19- Espectro referente ao material Alert a 1mm.

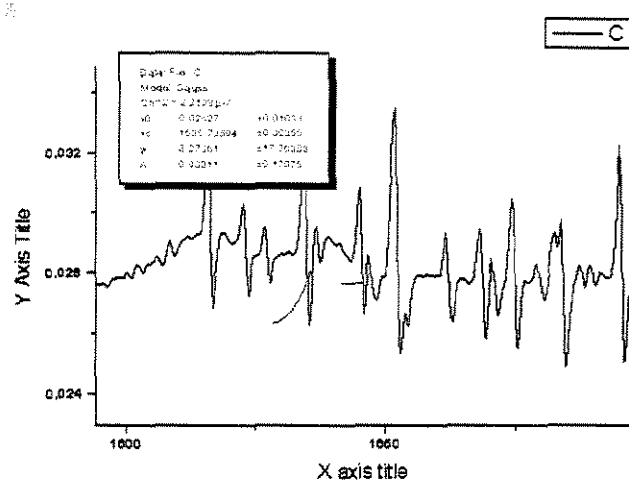


Figura 20- Espectro referente ao material Z250 a 1mm.

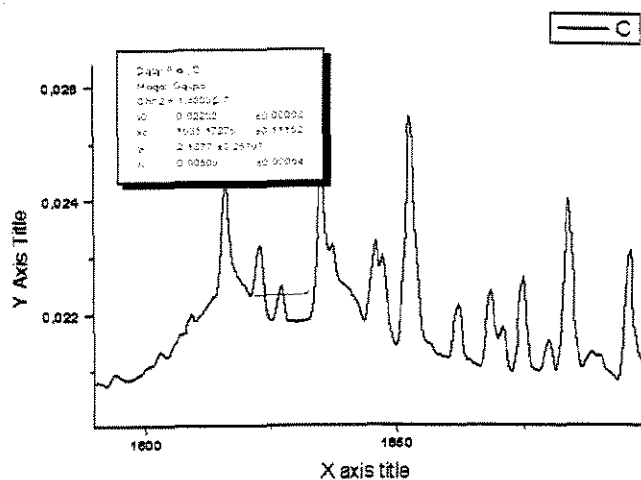


Figura 21- Espectro referente ao material Fill Magic a 1mm.

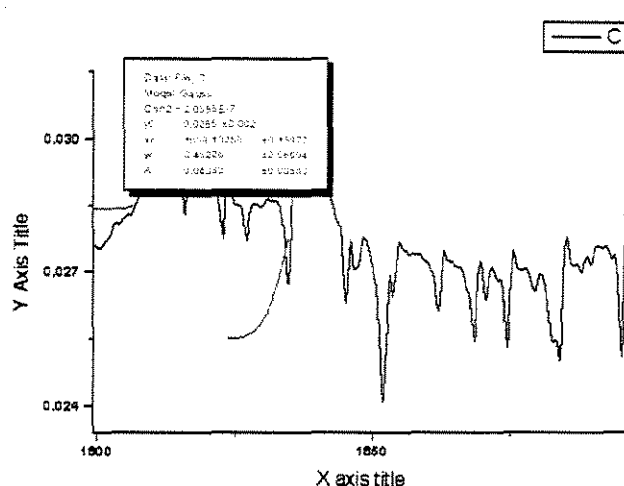


Figura 22- Espectro referente ao material P60 a 1 mm.

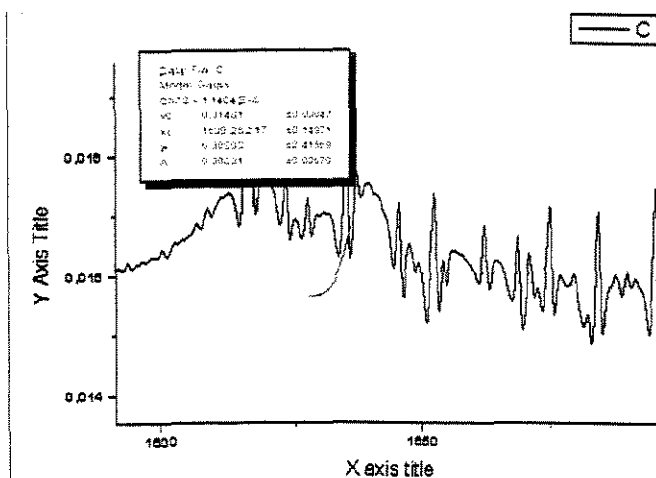


Figura 23- Espectro referente ao material Prodigy a 1mm.

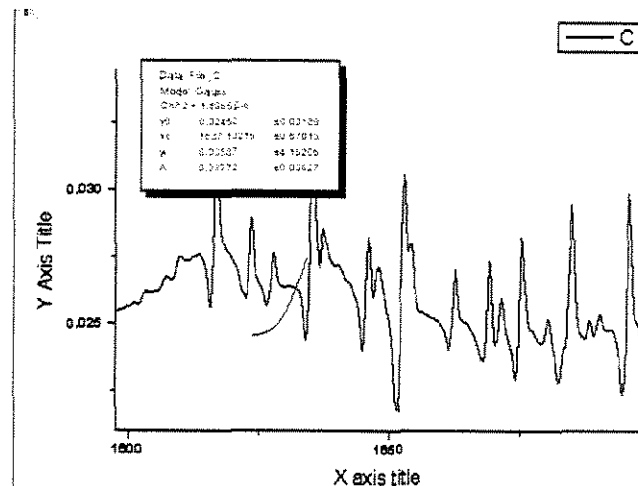


Figura 24- Espectro referente ao material Solitaire a 1mm

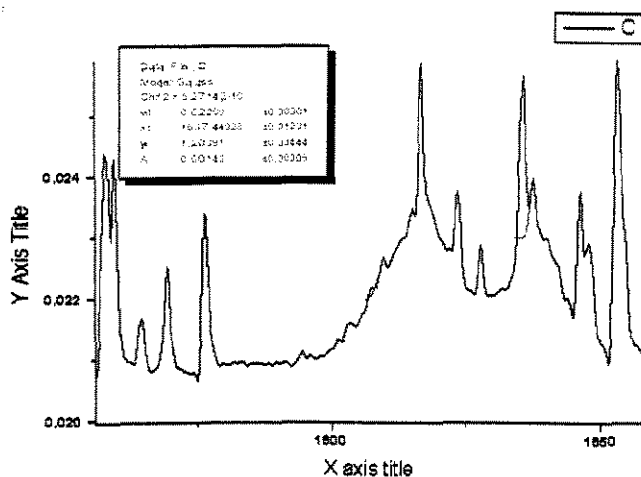


Figura 25- Espectro referente ao material Sure Fill a 1mm.

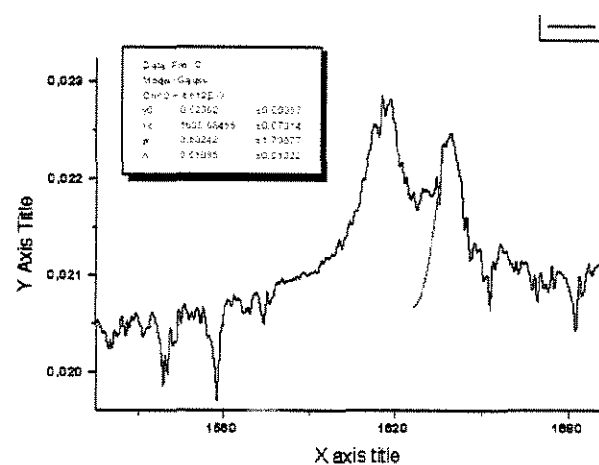


Figura 26- Espectro referente ao material Z100 a 1mm

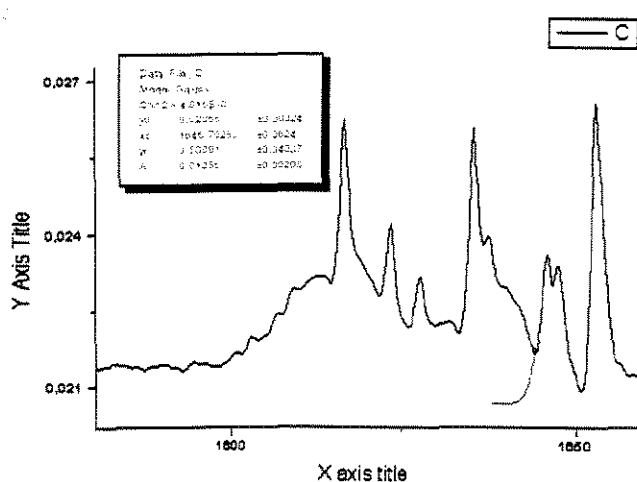


Figura 27- Espectro referente ao material Alert a 2mm.

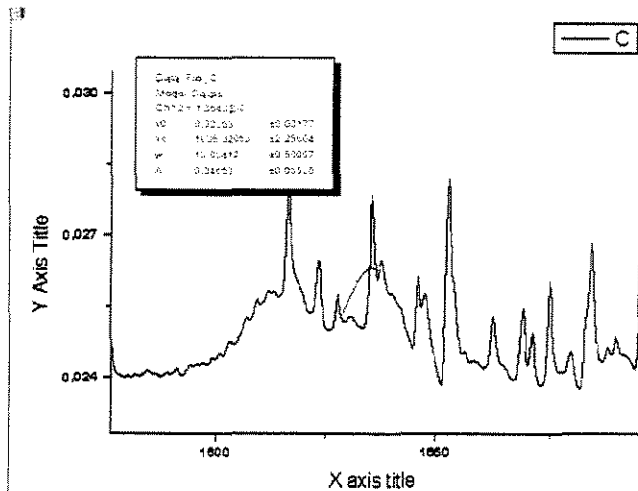


Figura 28- Espectro referente ao material Z250 a 2mm.

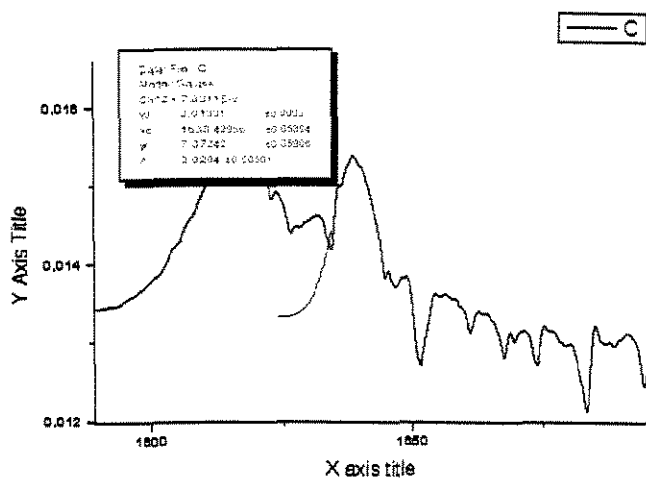


Figura 29- Espectro relativo ao material Magic a 2mm

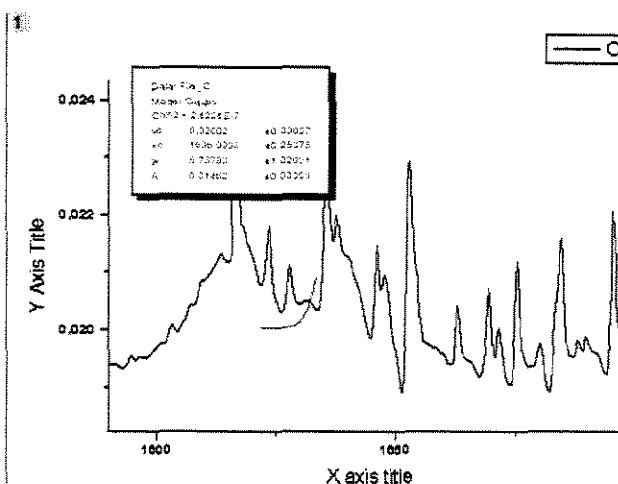


Figura 30- Espectro referente ao material P60 a 2mm.

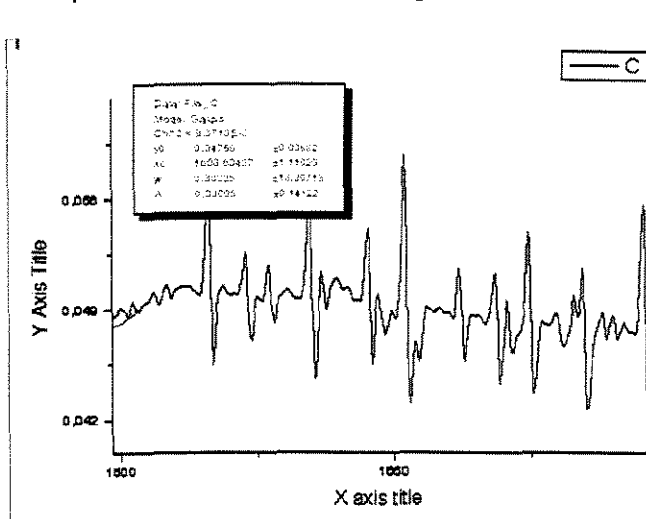


Figura 31: Espectro referente ao material Prodigy a 2mm.

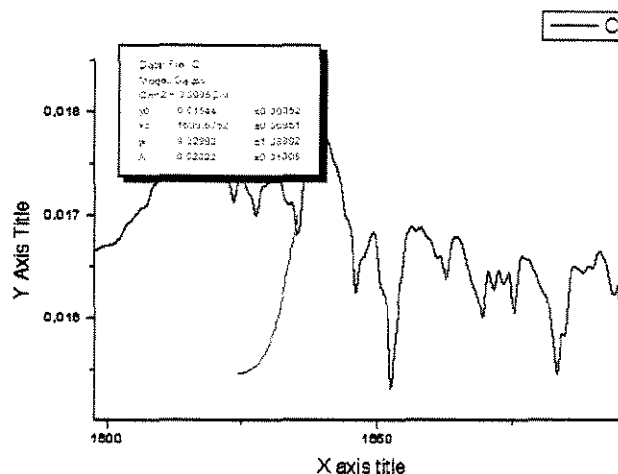


Figura 32: Espectro referente ao material Solitaire a 2mm.

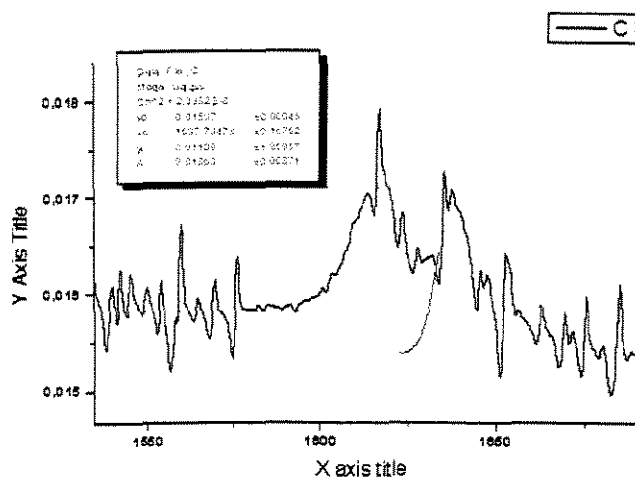


Figura 33: Espectro referente ao material Sure Fill a 2mm.

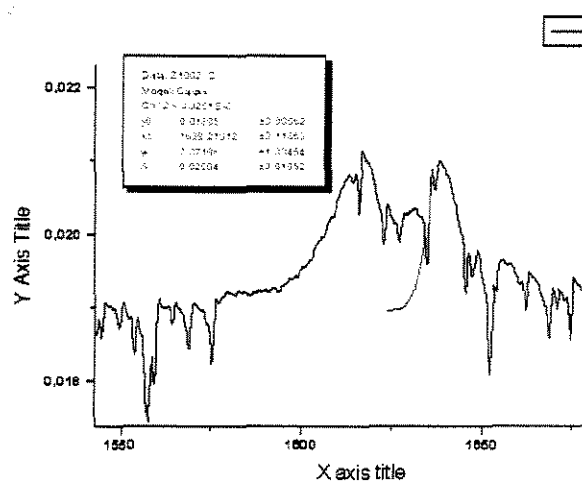


Figura 34: Espectro referente ao material Z100 a 2mm.

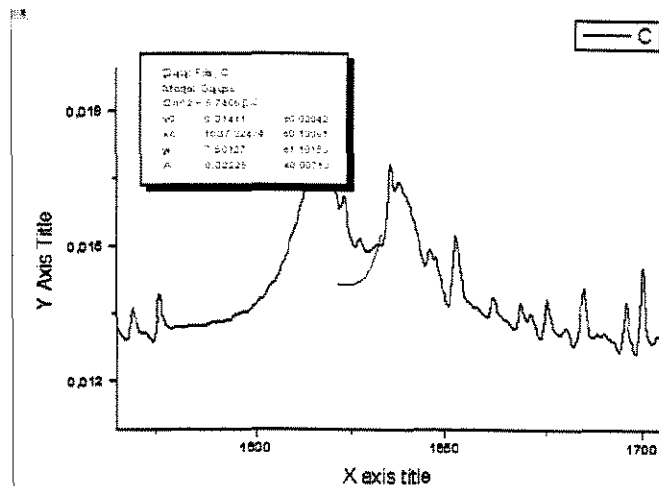


Figura 35- Espectro referente ao material Alert a 3mm

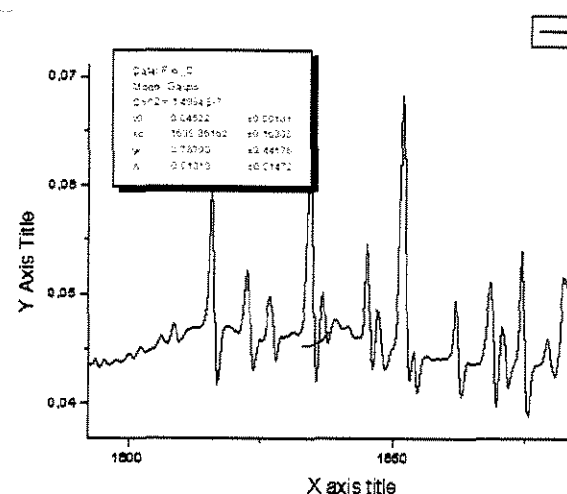


Figura 36- Espectro referente ao material Z250 a 3mm.

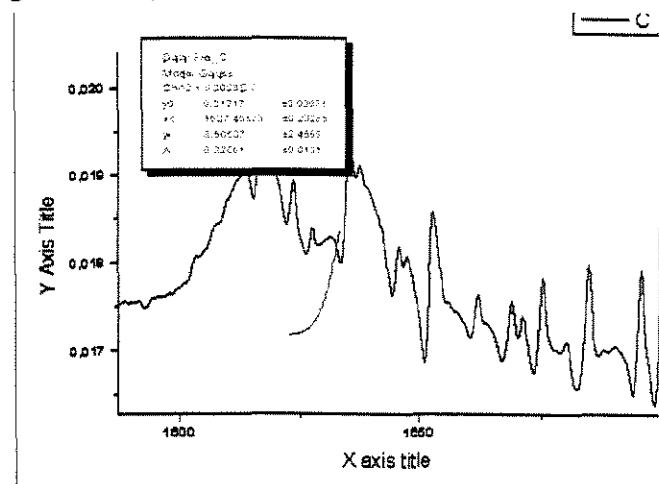


Figura 37- Espectro referente ao material Fill Magic a 3mm

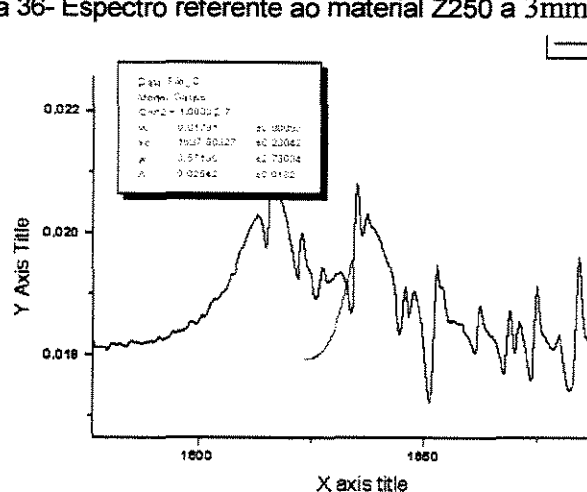


Figura 38- Espectro referente ao material P60 a 3mm.

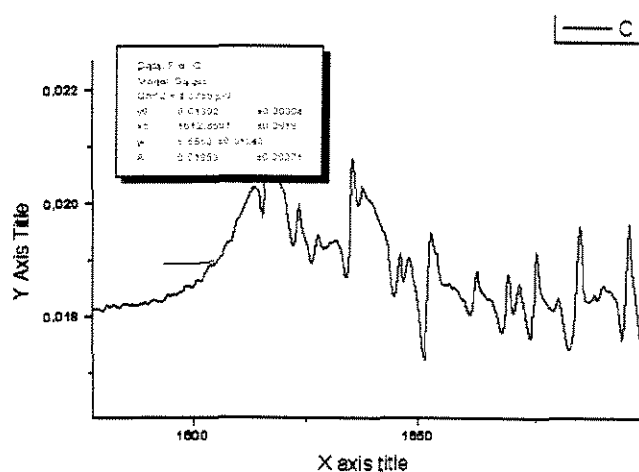


Figura 39- Espectro referente ao material Prodigy a 3mm.

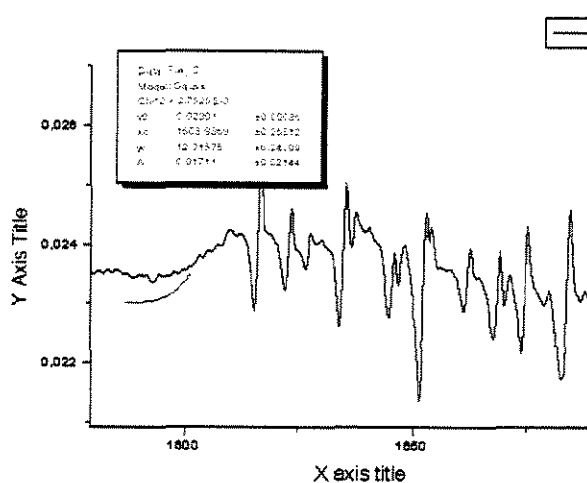


Figura 40- Espectro referente ao material Solitaire a 3mm.

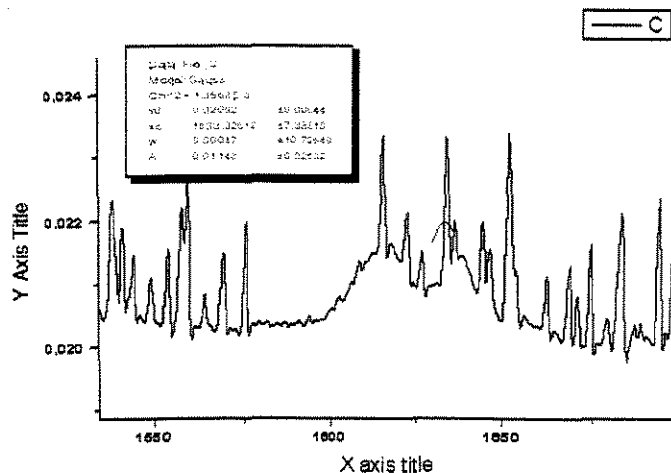


Figura 41- Espectro referente ao material Sure Fill a 3mm.

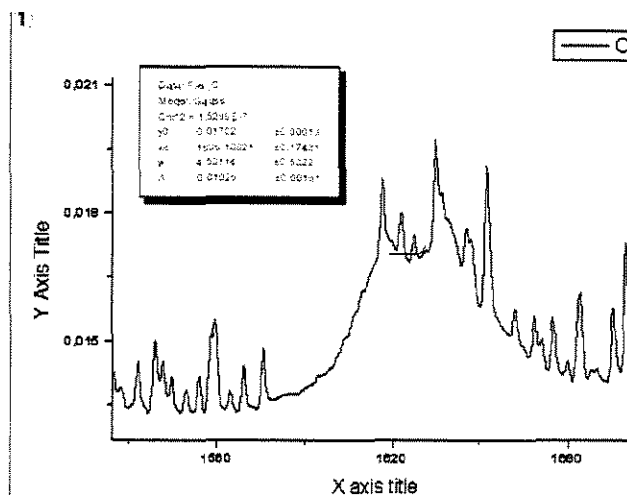


Figura 42- Espectro referente ao material Z100 a 3mm.

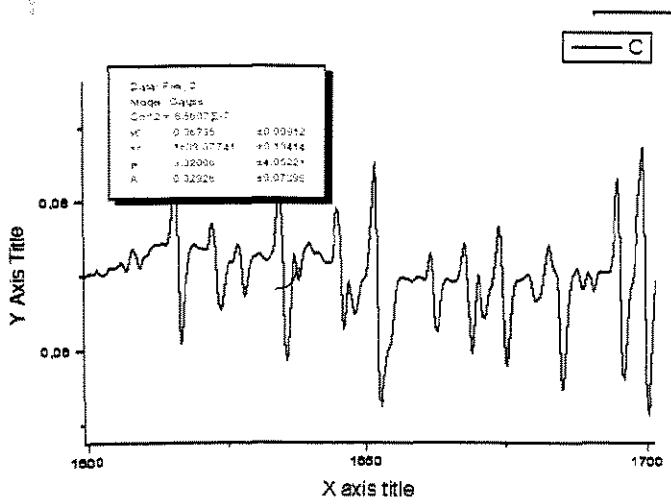


Figura 43- Espectro referente ao material Alert a 4mm.

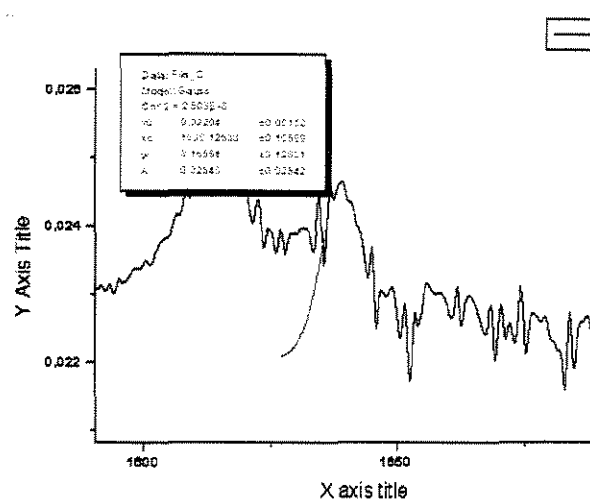


Figura 44- Espectro referente ao material Z250 a 4mm.

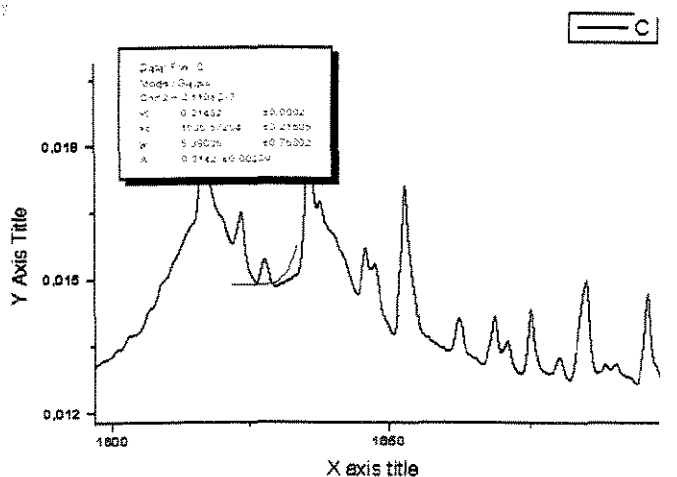


Figura 45- Espectro referente ao material Fill Magic a 4mm.

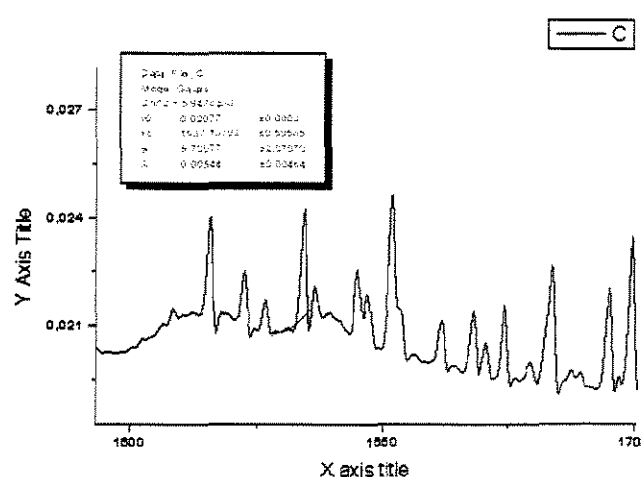


Figura 46- Espectro referente ao material P60 a 4mm.

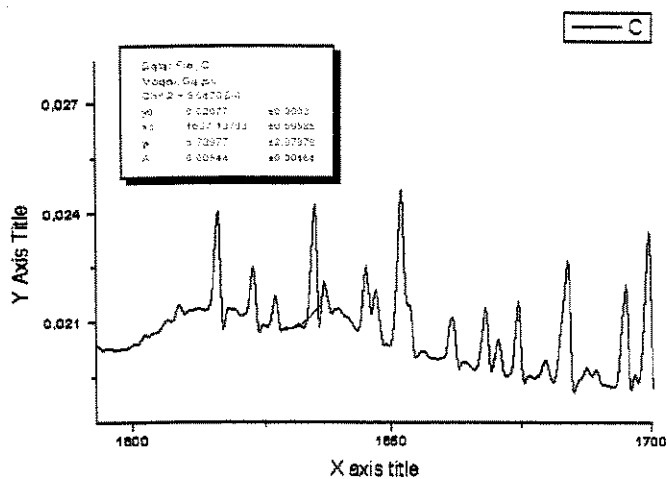


Figura 47- Espectro referente ao material Prodigy a 4mm

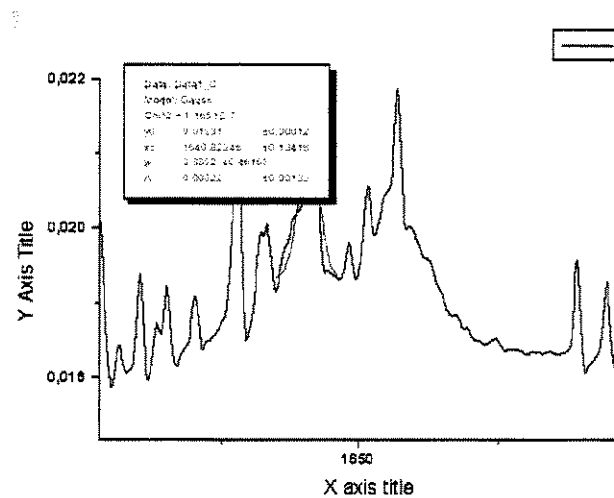


Figura 48- Espectro referente ao material Solitaire a 4mm

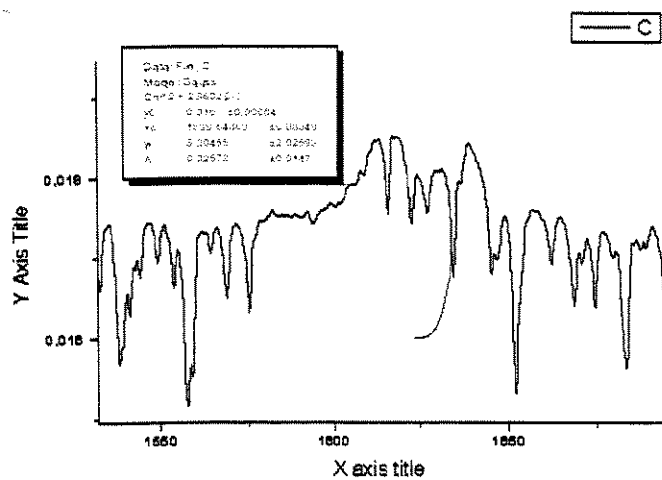


Figura 49- Espectro referente ao material Sure Fill a 4 mm

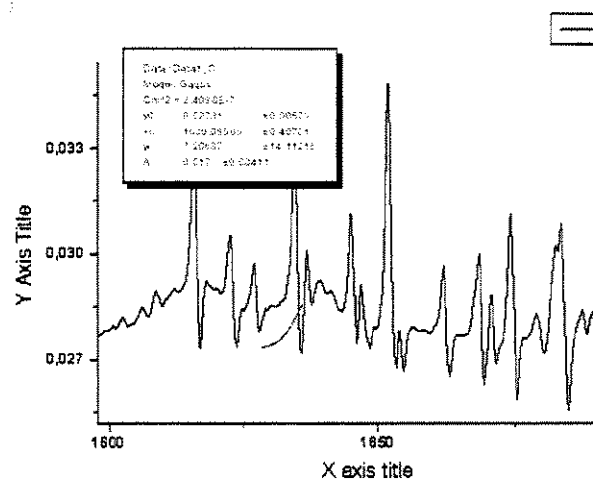


Figura 50- Espectro referente ao material Z100 a 4 mm